

SÉRIE A, N° 3174

N° D'ORDRE : 4046

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES

PAR

Thérèse RAPPENEAU née DELOURMEL

**1^{re} THÈSE. — Étude de la magnétorésistance de
lames minces de nickel déposées par
évaporation sous vide.**

2^e THÈSE. — PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ.

Soutenues le 29 avril 1958 devant la Commission d'examen.

MM. LUCAS, *Président.*

LENNUIER }
FRIEDEL } *Examineurs.*

Éditions de la *Revue d'Optique théorique et instrumentale*

3 et 5, boulevard Pasteur — 165, rue de Sèvres

PARIS (15^e)

1958



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41545923_0017

FACULTÉ DES SCIENCES DE PARIS

Nom du Candidat : RAPPENEAU née DELOURMEL

Prénom : Thérèse

Date de la soutenance : 29 avril 1958

Numéro d'ordre : Série A 3174, N° 4046

1

Thérèse RAPPENEAU née DELOURMEL.—
Etude de la magnétorésistance de
lames minces de nickel déposées
par évaporation sous vide. —
Paris, Editions de la Revue d'Op-
tique, 1958, in-8°, 55 p., 38 fig.

Th. Sc. Phys. Paris. 1958. Sér. A.
3174. N° 4046.

2

Thérèse RAPPENEAU née DELOURMEL.—
Etude de la magnétorésistance de
lames minces de nickel déposées
par évaporation sous vide. —
Paris, Editions de la Revue d'Op-
tique, 1958, in-8°, 55 p., 38 fig.

Th. Sc. Phys. Paris. 1958. Sér. A.
3174. N° 4046.

3

Thérèse RAPPENEAU née DELOURMEL.—
Etude de la magnétorésistance de
lames minces de nickel déposées
par évaporation sous vide. —
Paris, Editions de la Revue d'Op-
tique, 1958, in-8°, 55 p., 38 fig.

Th. Sc. Phys. Paris. 1958. Sér. A.
3174. N° 4046.

4

Thérèse RAPPENEAU née DELOURMEL.—
Etude de la magnétorésistance de
lames minces de nickel déposées
par évaporation sous vide. —
Paris, Editions de la Revue d'Op-
tique, 1958, in-8°, 55 p., 38 fig.

Th. Sc. Phys. Paris. 1958. Sér. A.
3174. N° 4046.

SÉRIE A, N° 3174

N° D'ORDRE : 4046

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES

PAR

Thérèse RAPPENEAU née DELOURMEL

1^{re} THÈSE. — Étude de la magnétorésistance de
lames minces de nickel déposées par
évaporation sous vide.

2^e THÈSE. — PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ.

Soutenues le 29 avril 1958 devant la Commission d'examen.

MM. LUCAS, *Président.*

LENNUIER

FRIEDEL

} *Examineurs.*



Éditions de la *Revue d'Optique théorique et instrumentale*

3 et 5, boulevard Pasteur — 165, rue de Sèvres

PARIS (15^e)

1958

Doyen. J. PÉRÈS

PROFESSEURS

G. JULIA	T	Analyse supérieure et Algèbre supérieure.	M. PRUVOST	T	Géologie.
FOCH	T	Mécanique physique et expérimentale.	AMIEL	T	Chimie générale (P. C. B.).
PAUTHENIER	T	Electrotechnique générale.	HOCART	T	Minéralogie.
DE BROGLIE	T	Théories physiques.	J.-P. MATHIEU	T	Physique (P. C. B.).
PERNANT	T	Anatomie et Histologie comparées.	COUTEAUX	T	Biologie animale (P. C. B.).
GARNIER	T	Géométrie supérieure.	MAY	T	Biologie animale (P. C. B.).
PÉRÈS	T	Mécanique des fluides et applications.	CHOQUET	T	Calcul différent. et intégral.
LAUGIER	T	Physiologie générale.	FELDMANN	T	Biologie (P. C. B.).
M. CURIE	T	Physique (S.P.C.N.).	GUINIER	T	Physique générale (P.C.B.).
BARRABÉ	T	Géologie structurale et Géologie appliquée.	JOST	T	Physiologie comparée.
G. DARMOIS	T	Calcul des probabilités et Physique mathématique.	FORTET	T	Calcul des probabilités.
J. BURCART	T	Géographie physique et Géologie dynamique.	SCHWARTZ	T	Méthodes mathématiques de la Physique.
PLANTEFOL	T	Botanique.	CHOUARD	T	Physiologie végétale.
GRASSÉ	T	Evolution des êtres organisés.	MALAVARD	T	Aviation.
PRÉVOST	T	Chimie organique.	BRELOT	T	Calcul différentiel.
BOULIGAND	T	Application de l'Analyse à la Géométrie.	NORMANT	T	Chimie organique (P. C. B.).
CHAUDRON	T	Chimie appliquée.	BÉNARD	T	Chimie (P. C. B.).
WYART	T	Minéralogie.	BUVAT	T	Botanique (E. N. S.).
TEISSIER	T	Zoologie.	DUGUÉ	T	Statistiques mathématiques.
MANGENOT	T	Biologie végétale.	GÉLOSO	T	Chimie (S. P. C. N.).
P. AUGER	T	Physique quantique et relativité.	SOULAIRAC	T	Psychophysiologie.
MONNIER	T	Physiologie des fonctions.	ULRICH	T	Physiologie végétale.
PIVETEAU	T	Paléontologie.	MARÉCHAL	T	Optique théorique et appl.
ROCARD	T	Physique (E. N. S.).	KIRRMANN	T	Théories chimiques.
H. CARTAN	T	Mathématiques (E. N. S.).	CHADEFAUD	T	Botanique.
LAFFETTE	T	Chimie générale.	DESTRIAU	T	Physique (M.P.C.).
FAVARD	T	Mécanique générale.	Mlle LE BRETON	T	Physiologie générale.
COULOMB	T	Physique du globe.	SALEM	T	Mathématiques générales.
M ^{re} COUSIN	T	Biologie animale (S.P.C.N.).	LELONG	T	Mathématiques générales.
CHRÉTIEN	T	Chimie minérale.	DEVILLERS	T	Anat. et Histol. comparées.
P. DRACH	T	Zoologie.	EHRESMANN	T	Topologie algébrique.
KASTLER	T	Physique.	FRANÇON	T	Physique (S.P.C.N.).
ÉPHRUSSI	T	Génétique.	GLANGEAUD	T	Géographie physique et Géologie dynamique.
WURMSER	T	Biologie physico-chimique.	GODEMENT	T	Mathématiques (M. P. C.).
RIVIÈRE	T	Géologie (S. P. C. N.).	PISOT	T	Calcul des probabilités.
GAUTHIERET	T	Biologie végétale (P. C. B.).	E. ROCH	T	Géologie.
LUCAS	T	Recherches physiques.	SCHATZMAN	T	Astrophysique.
A. THOMAS	T	Biologie cellulaire.	TERMIER	T	Paléontologie stratigraph.
ARNULF	T	Optique appliquée.	ZAMANSKY	T	Mathématiques générales.
M. MORAND	T	Enseignement de Physique.	JOLIOT	T	Physique nucléaire et Radio-activité.
SOLEILLET	T	Physique.	LENNUIER	T	Physique (P. C. B.).
FORTIER	T	Mécanique expérimentale des fluides.	RIZET	T	Génétique.
DANJON	T	Astronomie.	M ^{me} TONNELAT	T	Théories physiques.
LAPORTE	T	Physique générale et Radio-activité.	DIXMIER	T	Mathématiques (M. P. C.).
JANET	T	Mécanique analytique et mécanique céleste.	SOUCHAY	T	Chimie générale (P. C. B.).
PETIT	T	Biologie maritime.	AIGRAIN	T	Physique (P. C. B.).
QUENEY	T	Météorologie et dynamique atmosphérique.	BRUSSET	T	Chimie minérale.
GALLIEN	T	Embryologie.	M. LEVY	T	Physique théorique.
EICHHORN	T	Biologie végétale (P.C.B.).	LENORMANT	T	Physiologie.
DE CUGNAC	T	Biologie végétale (P.C.B.).	M ^{me} CHAIX	T	Chimie biologique.
M ^{re} GAUCHOIS	T	Chimie physique.	M ^{me} HUREL-PY	T	Biol. végétale (P. C. B.).
THELLIER	T	Physique du Globe.	PIAUX	T	Chimie (P. C. B.).
L'HÉRITIER	T	Génétique.	BRUN	T	Mécanique expérimentale des fluides.
GRIVET	T	Radi-électricité.	LEDERER	T	Chimie biologique.
PONCIN	T	Mécanique des fluides.	M ^{me} DUBREIL	T	Mathématiques.
DUBREIL	T	Arithmétique et théorie des nombres.	M ^{me} LELONG	T	Mathématiques (E. N. S.).
QUELEY	T	Chimie organique.	BELLAIR	T	Géologie (S. P. C. N.).
CAGNIARD	T	Géophysique appliquée.	COTTE	T	Physique (M. P. C.).
CHAMPETIER	T	Chimie macromoléculaire.	DUBOIS J. E.	T	Chimie. (S.P.C.N.).
COVILLIER	T	Géologie structurale et Géologie appliquée.	LAMOTTE	T	Zoologie (E. N. S.).
JUNG	T	Pétrographie.	MICHEL	T	Chimie (S.P.C.N.).
TRILLAT	T	Microscopie et diffraction électronique.	OLMER	T	Energétique générale.
WIEMANN	T	Chimie organique et structurale.	ROUAULT	T	Physique (Enseignement).
JACQUINOT	T	Spectroscopie et Physique céleste.	GAUTHIER	T	Mécanique appliquée.
VASSY	T	Physique de l'atmosphère.	BARCHIEWITZ	T	Chimie physique.
DESTOUCHES	T	Théories physiques.	BRUSSEL	T	Physique atomique.
			BUSER	T	Biologie animale (P. C. B.).
			CAMUS	T	Biologie végétale (P. C. B.).
			CSTAING	T	Physique générale.
			CURIEN	T	Minéralogie et cristallog.
			MOYSE	T	Physiologie végétale.
			NOIROT	T	Evolution des êtres organ.
			PANNETIER	T	Chimie (P. C. B.).
			POSSOMPES	T	Biol. animale (P. C. B.).
			PULLMAN	T	Chimie théorique.
			TEILLAC	T	Physique nucléaire et radio-activité.
			TONNELAT	T	Biologie physicochimique.
			VILLE	T	Econométrie.
			WILLEMART	T	Chimie (P. C. B.).

Secrétaire Général C. MONIER.

ÉTUDE DE LA MAGNÉTORÉSISTANCE DE LAMES MINCES DE NICKEL DÉPOSÉES PAR ÉVAPORATION SOUS VIDE

PAR

M^{me} Thérèse RAPPENEAU

SOMMAIRE. — Le présent travail est une étude, à la température ambiante, de la magnétorésistance de lames minces de nickel déposées par évaporation. Les résultats obtenus sont comparés aux propriétés du nickel massif.

Les appareillages et dispositifs de mesure sont décrits dans un premier chapitre. L'évaporateur, construit pour cette étude, est présenté rapidement. Une plus large place est réservée à la préparation des supports, à la technique de l'évaporation et au recuit des lames sous vide. Les dispositifs spécialement adaptés à l'étude de la magnétorésistance sont ensuite décrits ; le montage de mesure des résistances permet d'apprécier des variations relatives de l'ordre de 10^{-5} ; un électro-aimant est monté sur la cloche de l'évaporateur avec les pièces polaires et l'entrefer sous vide.

Les épaisseurs des lames (360 à 720 Å) sont mesurées à partir de leurs densités optiques (chap. II). Nous avons établi la courbe d'étalonnage des densités en fonction des épaisseurs mesurées par une méthode interférentielle.

Les propriétés électriques des lames sont étudiées dans la mesure où elles présentent un intérêt pour l'ensemble du travail. Le sens de l'évolution de la résistance après l'évaporation permet de séparer les lames en deux catégories d'après leur épaisseur : les plus épaisses ($e > 480$ Å) présentent un coefficient d'évolution négatif, les plus minces ($e < 480$ Å) ont un coefficient d'évolution positif. Nous avons déterminé également l'influence du recuit sur la résistance, le coefficient thermique de la résistance et la résistivité après recuit en fonction de l'épaisseur. Les lames épaisses sont caractérisées, comme le métal massif, par une anomalie de variation de la résistance en fonction de la température au-dessous du point de Curie.

Le second chapitre se termine par un examen aux rayons X. Les lames les plus épaisses ($e \simeq 700$ Å) possèdent la structure cristalline du nickel. Les lames moyennes et minces présentent seulement la première raie du nickel. Il n'est donc pas possible de tirer de conclusion valable sur leur structure.

L'étude proprement dite de la magnétorésistance est traitée dans les chapitres III et IV. Le chapitre III est consacré aux phénomènes de magnétorésistance dans le domaine de l'aimantation technique (*). Seules les lames épaisses ($e > 480$ Å) présentent une variation de résistance décelable. Les courbes obtenues, semblables à celles du nickel massif, permettent de conclure à l'existence de domaines. La comparaison des résultats obtenus pour différentes lames fournit des renseignements sur les processus d'aimantation et la variation de la structure magnétique en fonction de l'épaisseur. Les résultats sont comparés à ceux des diverses théories concernant les lames minces ferromagnétiques.

Le chapitre IV concerne l'étude des lames dans les grands champs. Les mesures de magnétorésistance en fonction de l'angle du champ et du courant et en fonction du champ appliqué sont effectuées sur les lames minces et le nickel massif. Les résultats montrent l'existence d'une anisotropie dans la décroissance de la résistance en fonction du champ. Cette anisotropie permet de calculer l'anisotropie de résistance en champ nul et de faire apparaître un champ interne H_1 directement lié au champ moléculaire. On obtient par une relation simple introduisant H_1 le rapport entre la résistance R à l'état ferromagnétique et la résistance R_0 à l'état paramagnétique. L'ensemble des résultats montre que la diminution de résistance due au ferromagnétisme se compose de deux termes dont l'un seulement est anisotrope et introduit l'anisotropie de résistance responsable des phénomènes observés dans les champs moyens.

Les lames les plus minces se caractérisent par une loi de variation de la résistance en H^2 , puis en H , comme les substances non ferromagnétiques, mais cette variation se produit en sens opposé.

En conclusion, seules les lames épaisses ($e > 480$ Å) paraissent ferromagnétiques. Les phénomènes observés sont alors qualitativement les mêmes que pour le nickel massif, mais leur importance diminue rapidement avec l'épaisseur, la lame la plus épaisse (720 Å) se rapprochant par contre sensiblement du métal massif. Cette décroissance de la magnétorésistance des lames est attribuée à leur structure.

(*) Le domaine de l'aimantation technique correspond à la portion des courbes d'aimantation limitée par la saturation technique. La saturation technique est caractérisée par une structure à un domaine unique aimanté dans la direction du champ.

INTRODUCTION

Les travaux théoriques relatifs à l'étude de l'aimantation des métaux ferromagnétiques en couches minces sont récents [1 à 6]. Ils concernent des cas simples de couches monocristallines et ont suscité un certain nombre de travaux expérimentaux [7 à 11].

La forme des courbes d'aimantation permet d'interpréter, dans ces cas simples, les processus d'aimantation. Il en est de même de l'observation des diagrammes magnétiques [12 à 14]. Pour les lames polycristallines les phénomènes sont beaucoup plus complexes. L'étude de l'aimantation pourra être complétée par l'observation de phénomènes liés directement aux processus d'aimantation, tels que la magnétostriction et la magnétorésistance.

Les mesures de magnétostriction sur des lames de petites dimensions déposées sur un support sont difficilement réalisables. Par contre, la précision des mesures relatives de résistance permet d'effectuer une étude de la magnétorésistance des lames minces. Dans les champs élevés, la variation de la résistance électrique en fonction du champ magnétique est liée à la diminution de résistance due au ferromagnétisme. Elle présente un intérêt dans l'étude de l'aimantation spontanée des lames.

Pour ces différents motifs, nous avons étudié la magnétorésistance de lames minces de nickel préparées par évaporation. Le nickel présente sur les autres ferromagnétiques l'avantage de posséder une faible anisotropie cristalline. Le procédé de formation des lames par évaporation sous vide permet actuellement d'obtenir les dépôts les mieux définis [15].

Une étude similaire est menée actuellement par van Itterbeek et ses collaborateurs [16 à 20] sur des lames de nickel très minces à basse température. Un autre travail a été effectué par A. Drigo sur des lames électrolytiques [21].

Pour les propriétés électriques des lames, nous nous sommes référée au travail de A. Colombani [22], bien qu'il concerne les lames de nickel déposées par projection cathodique.

Ces recherches ont été effectuées au Laboratoire des Recherches physiques de la Faculté des Sciences de Paris.

Qu'il me soit permis d'exprimer toute ma gratitude à M^r le Doyen J. Cabannes et à M^r le Professeur R. Lucas pour leur accueil au Laboratoire et pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail.

Que M^r A. Herpin qui m'a suggéré d'entreprendre ces recherches et a constamment suivi mon travail trouve ici l'expression de toute ma reconnaissance.

Je tiens également à remercier M^r le Professeur Thellier pour les conseils et l'aide qu'il m'a apportés, ainsi que le personnel technique du Laboratoire pour les services qu'il m'a rendus dans l'exécution des montages et des expériences.

I. Appareillage et méthodes de mesure

L'étude des propriétés magnétoélectriques du nickel en lames minces nécessite l'obtention d'échantillons bien définis et la mise au point de méthodes de mesure

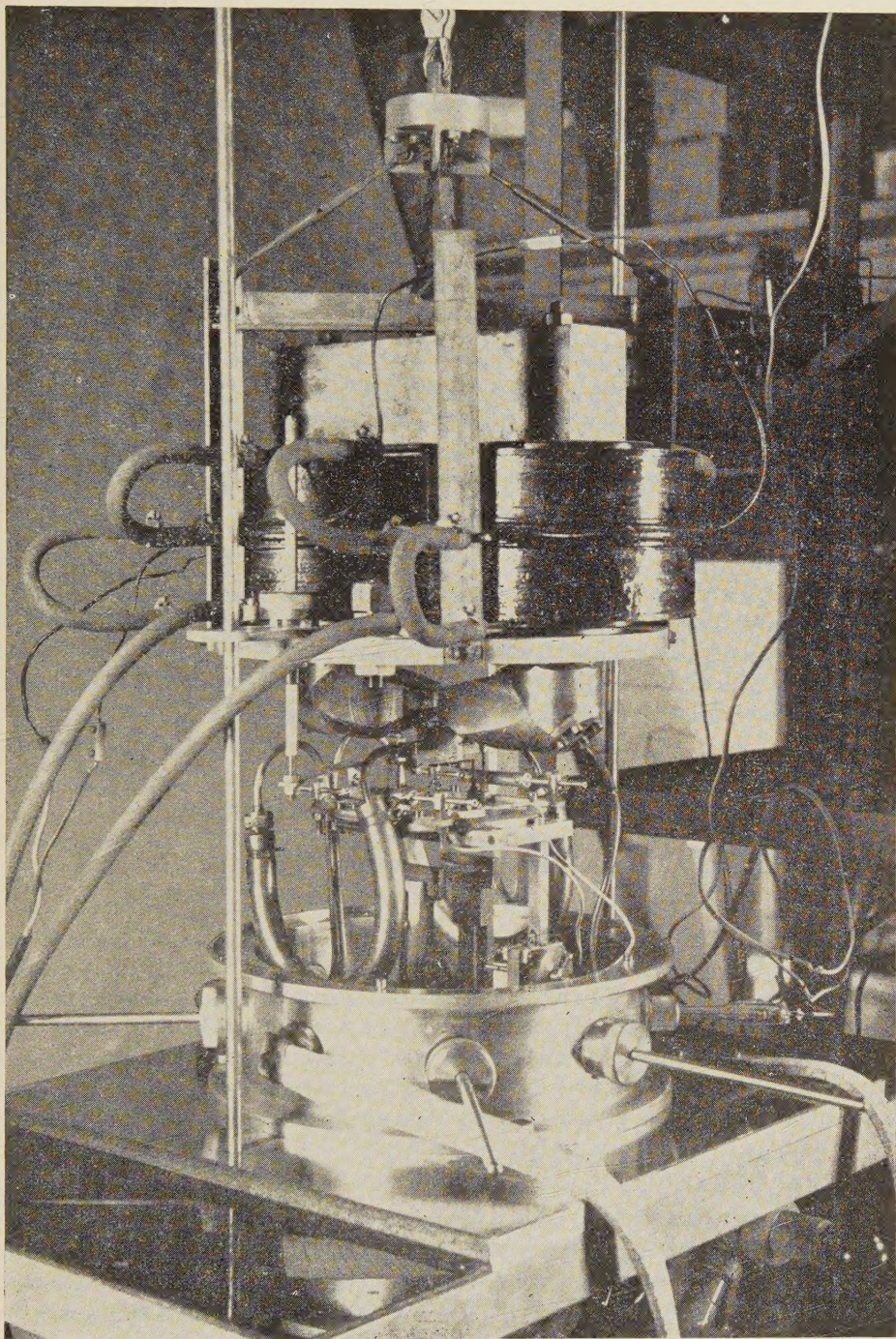


FIG. 1.

précises. En effet les phénomènes de magnétorésistance sont très petits et la résistance des couches minces de nickel est sensible à toute contamination. Il est donc nécessaire d'évaporer le nickel sous un vide poussé et sur des supports soigneusement nettoyés et dégazés. Divers auteurs [22, 10] ayant observé que les dépôts étaient plus stables après recuit, nous avons prévu un dispositif permettant de recuire des lames sous vide avant de les exposer à l'air.

Après une description de l'évaporateur, nous exposerons la méthode de préparation des supports, le procédé de recuit et la technique de l'évaporation du nickel.

Les différents montages de mesure des résistances seront ensuite décrits ainsi que l'électro-aimant spécialement construit pour les mesures de magnétorésistance dans la cloche de l'évaporateur.

1. Évaporateur. — L'évaporateur est d'un type classique. Le groupe de pompage (pompe à palettes et pompe à diffusion d'huile) est relié directement à la platine inférieure de la cloche. Le vide est mesuré au moyen d'une jauge à ionisation fixée sur la platine supérieure. Les différents montages réalisés dans la cloche à vide (fig. 1, 2 et 3) seront décrits dans ce chapitre au fur et à mesure de leur utilisation.

2. Préparation des supports. — En raison des mesures électriques et du mode de chauffage choisi, le nickel ne pouvait être déposé que sur des supports isolants très minces. Nous avons utilisé des lamelles de verre.

La mise au point de la préparation des supports a été assez longue, car il est difficile d'obtenir des surfaces de verre rigoureusement propres. Le verre présente en outre la fâcheuse propriété de retenir par adsorption et absorption une quantité importante de gaz (vapeur d'eau, gaz carbonique, oxygène) qui se libèrent par échauffement, soit lors de l'évaporation, soit au cours du recuit. Après un nettoyage chimique efficace, les supports sont « dégazés » par chauffage prolongé sous vide. La préparation des supports comprend également le dépôt après un premier nettoyage chimique des contacts nécessaires aux mesures de résistance.

1. Contacts. — Les supports (fig. 4) sont des couvre-objet de microscope (20×30 mm). Les contacts pour mesures de résistance sont constitués par deux dépôts d'or ou d'argent de 7×14 mm environ et distants de 10 mm. Ils sont obtenus par voie chimique à partir d'une solution colloïdale du métal déposée au pinceau sur les supports nettoyés. Par chauffage à 500°C , le solvant est éliminé et il reste des contacts en or ou en argent, bien adhérents au verre si ce dernier a été convenablement nettoyé. Les premières lames de nickel ont été déposées sur supports avec contacts en argent. En raison de la facilité d'altération de ce métal, nous l'avons remplacé par de l'or.

2. Nettoyage chimique. — Les techniques préconisées par les divers auteurs sont très nombreuses et adaptées à leurs études particulières. Dans le cas présent, il est nécessaire avant tout de débarrasser la surface du verre de toute impureté risquant de se décomposer à la chaleur et de libérer des produits susceptibles de réagir avec les dépôts de nickel. Il s'agit donc principalement d'éliminer toute trace de graisses déposées sur le verre (marques de doigts, poussières grasses, etc.).

Après un nettoyage grossier à l'alcool, les supports sont plongés pendant quelques secondes dans une préparation fraîche de mélange sulfochromique. Ils sont ensuite soumis à un jet d'eau destiné à éliminer toute trace de sels de chrome, rincés à l'eau bidistillée dégraissée et essorés avec du papier Joseph. La mise en place des supports dans l'évaporateur est effectuée immédiatement après le nettoyage afin d'éviter toute souillure au contact de l'air.

3. **Dégazage.** — Les supports sont chauffés sous vide durant 2 à 3 h à la température du recuit des lames de nickel (385 °C). Le mode de chauffage, identique à celui qui est utilisé pour le recuit, sera décrit un peu plus loin (§ 1.4.1). Après l'élimination des gaz occlus, les lamelles sont maintenues sous vide jusqu'au moment de l'évaporation.

Pour prouver l'efficacité de cette méthode signalons que quelques essais d'évaporation ont été effectués sur supports non dégazés. Les courbes de la résistance en fonction de la température, au lieu de suivre une loi bien continue, étaient en dents de scie, par suite de l'action physique et chimique des gaz éliminés par le verre. Après dégazage, aucune anomalie de ce genre n'a plus jamais été observée.

3. **Technique d'évaporation.** — L'évaporation du nickel nécessite une technique particulière. En effet, on ne peut pas, comme c'est le cas pour de nombreux métaux et les substances diélectriques, opérer par chauffage du corps placé dans un creuset en métal réfractaire. Il se forme, aux points de contact du nickel avec le creuset, un alliage qui fond à une température inférieure au point de fusion du nickel ; le creuset est détérioré avant l'évaporation du nickel. Aussi, avant de décrire les conditions de l'évaporation proprement dite, est-il nécessaire de porter une attention particulière à la source d'évaporation.

1. **Source d'évaporation.** — La méthode adoptée repose sur le même principe que celle de Crittenden & Hoffman [10] : une couche de nickel est déposée électrolytiquement sur un métal réfractaire, puis évaporée par chauffage de ce dernier.

La source d'évaporation est une plaque de molybdène de 8×3 cm recouverte par un procédé au tampon d'une couche de nickel de quelques microns d'épaisseur. Le dépôt de nickel obtenu est très dur et il est nécessaire, lors du premier chauffage de la plaque de molybdène, d'opérer lentement jusqu'aux environs de 250 °C, car les tensions élevées développées par un chauffage brusque provoquent la rupture du dépôt qui s'assemble en une goutte lors de la fusion du nickel.

Ces précautions prises, l'évaporation du nickel s'effectue suivant la technique usuelle après dégazage de la plaque de molybdène.

2. **Formation des dépôts.** — L'évaporation du nickel est effectuée sous un vide poussé : 5 à $7 \cdot 10^{-6}$ mm de mercure. La durée de l'évaporation est variable (5 à 60 s). En effet, nous n'avons pas de dispositif pour repérer la température de la source d'évaporation. Aucun changement particulier n'a été observé dans le comportement des lames en fonction de la rapidité de croissance du dépôt, comprise entre 5 et 100 Å/s.

Immédiatement au-dessous du support est placé un cache en molybdène présentant une fenêtre rectangulaire destinée à limiter la surface des lames de nickel

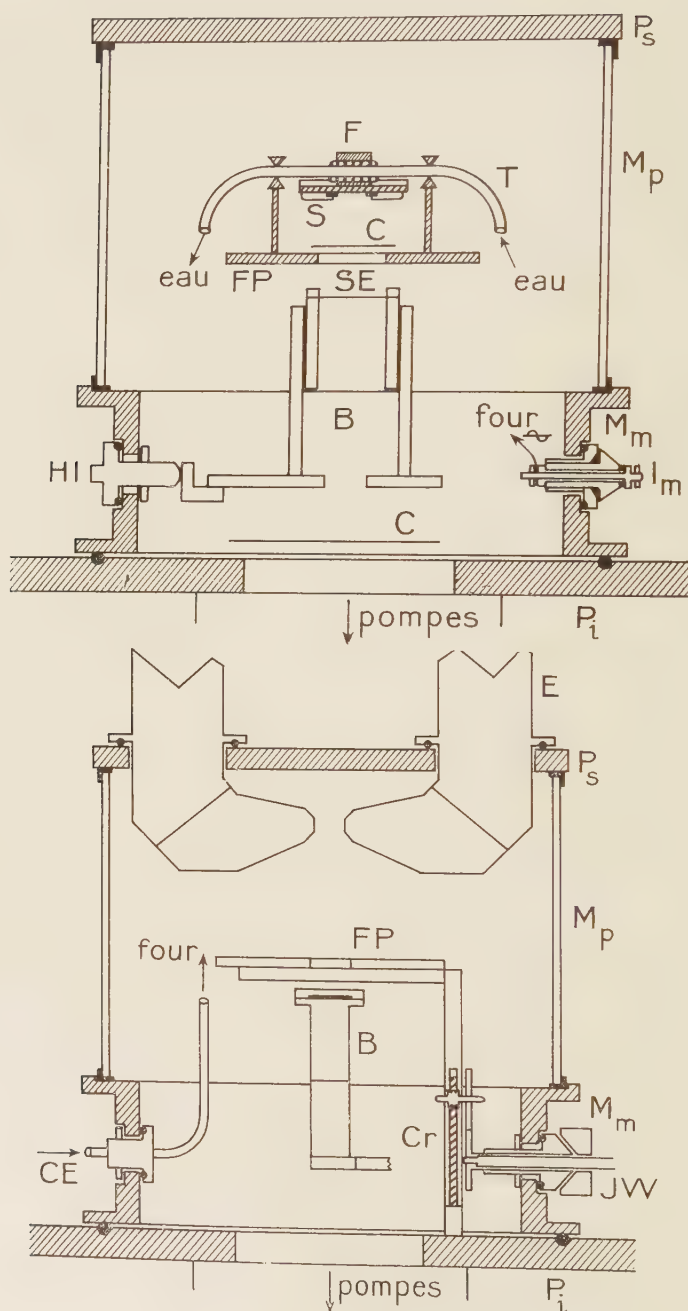


FIG. 2 et 3. — P_s , platine supérieure ; M_p , manchon pyrex ; M_m , manchon métallique ; P_i , platine inférieure ; E, électro-aimant ; Cr, crémaillère ; F, four ; T, tube de cuivre rouge ; C, cache ; FP, fausse platine ; SE, source d'évaporation ; B, barres d'amenée du courant ; HI, passages pour haute intensité ; I_m , passages à isolement moyen ; CE, passage circulation d'eau ; JW, joint de Wilson.

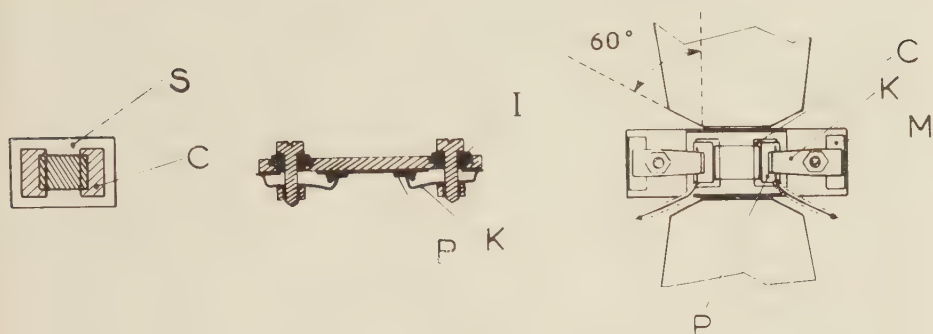


Fig. 4, 5 et 6. — S, support ; K, ressort ; C, contact ; M, mica ; P, plaquette de cuivre ; I, rondelle isolante.

aux dimensions choisies : 10×14 mm. Cette surface est représentée hachurée sur la figure 4. La distance entre les contacts étant égale à 10 mm, les résistances mesurées sont celles de lames carrées de 1 cm de côté. Aucune discontinuité n'a été remarquée au raccordement des lames avec les contacts. Sur des lames qui, par suite de tensions élevées, ont « éclaté » au cours du recuit, on n'a jamais observé de rupture du nickel le long des contacts.

4. Recuit des lames. — Les conditions d'encombrement nécessitent l'emploi d'un appareil de chauffage possédant les dimensions les plus petites compatibles avec celles des supports. Nous avons choisi le mode de chauffage par conduction ; les supports sont fixés sur la face inférieure (face à la source d'évaporation) d'une plaque chauffante amovible (sole). Cette dernière est elle-même fixée à un four électrique à résistance. Nous commencerons par décrire le four et en donner les caractéristiques. Puis, nous exposerons rapidement les méthodes de fixation des supports et de détermination de la température des lames de nickel.

1. Four à résistance. — Le four est constitué (fig. 2) par un tube de cuivre rouge (diamètre intérieur 4 mm, diamètre extérieur 6 mm) recouvert sur une longueur de 2,5 mm par un enroulement de fil résistant et enfermé dans un bloc parallélépipédique en cuivre rouge ($20 \times 20 \times 18$ mm de hauteur). Il est maintenu par deux paires de couteaux qui serrent le tube de cuivre et sont fixées par des tiges filetées solidaires d'une fausse platine. Le tube de cuivre est parcouru par une circulation d'eau destinée à accélérer le refroidissement du four et raccordé à un passage à vide par deux tuyaux de caoutchouc en forme d'U (fig. 1).

Le four est alimenté sous une tension maximum de 40 V. La puissance dissipée est alors de 32 W et la température, repérée à l'aide d'un couple en chromel-alumel fixé dans la paroi du four est égale à 425°C . Le thermocouple est relié à un potentiomètre permettant d'apprécier $0,25^\circ\text{C}$. Un stabilisateur de tension assure la régulation de la température à $\pm 0,5^\circ\text{C}$. Un autotransformateur permet un chauffage et un refroidissement progressifs.

2. Sole. Fixation des supports. — La sole, en cuivre rouge, a les dimensions suivantes : $20 \times 65 \times 4$ mm. Elle est plane, soigneusement polie et se fixe sous le four par quatre vis.

Le système de fixation des supports est représenté schématiquement sur les figures 5 et 6. Les lamelles sont appliquées sur la sole par deux ressorts en bronze au glucinium. Comme l'épaisseur des supports est très faible (0,15 à 0,17 mm), on peut considérer que la température du verre, au voisinage immédiat de la surface, est sensiblement égale à celle de la sole. Il en est de même pour la température de la lame de nickel déposée sur le verre. Une courbe d'étalonnage donne la température de la sole en fonction de celle du four, repérée au cours des recuits.

5. Mesure des résistances. — Nous avons utilisé trois montages différents de mesure des résistances :

un montage direct pour la mesure des résistances supérieures à 1 M Ω . Ce montage sert au contrôle de l'isolement du circuit « lame mince » et de l'évaporation ;

un pont de Wheatstone permettant de mesurer les résistances comprises entre 1 M Ω et quelques ohms. Le galvanomètre utilisé a une sensibilité moyenne en volts. Il possède plusieurs shunts et présente l'avantage de s'adapter rapidement à la mesure de résistances très différentes. Ce montage convient pour toutes les mesures de variations importantes de résistance (évolution après l'évaporation, variation thermique) ;

un pont de Wheatstone avec galvanomètre à faible résistance de cadre. Ce dispositif est spécialement adapté à l'étude de très faibles variations de résistance (magnétorésistance).

Avant de donner les caractéristiques de ces différents montages, nous précisons les modes de contact et d'isolement du circuit « lame mince ». En effet, de leur qualité dépend la précision des mesures.

1. Contacts et isollements. — Nous avons adopté un système de contacts par pression. Les ressorts (fig. 5 et 6) utilisés pour la fixation des lamelles sur la sole du four servent également à assurer un bon contact électrique entre les contacts en argent (ou en or) des lamelles et deux plaquettes en cuivre rouge sur lesquelles sont brasés les fils provenant du dispositif de mesure. Les conducteurs reliant la lame de nickel au dispositif de mesure sont de section relativement importante et tous les contacts sont soudés. En vue de la mesure de résistances élevées, les circuits sont soigneusement isolés, ainsi que les vis de fixation et les ressorts.

2. Résistances supérieures à 1 M Ω . — Le circuit comprend (fig. 7) : la lame de nickel (ou simplement le support nu), le galvanomètre G₁ et une résistance ρ de 0,7 à 1 M Ω destinée à protéger le galvanomètre, branchés en série aux bornes d'une batterie d'accumulateurs.

La mesure de l'évaporation s'effectue à l'aide de ce montage. Avant l'évaporation, on vérifie l'isolement du circuit « lame » : le galvanomètre ne doit pas dévier sur sa sensibilité la plus grande (0,9 $\times$ 10⁻⁹ A/mm). Puis on fait croître progressivement le courant de la source d'évaporation jusqu'à obtenir une déviation du galvanomètre. On maintient alors le courant de chauffage constant pendant toute la durée de l'évaporation.

3. Mesure des résistances inférieures à 1 M Ω . — On utilise un pont de Wheatstone alimenté par 1, 2 ou 3 éléments d'accumulateurs au plomb, suivant la valeur de la résistance. La lecture des résistances est rendue rapide grâce à une

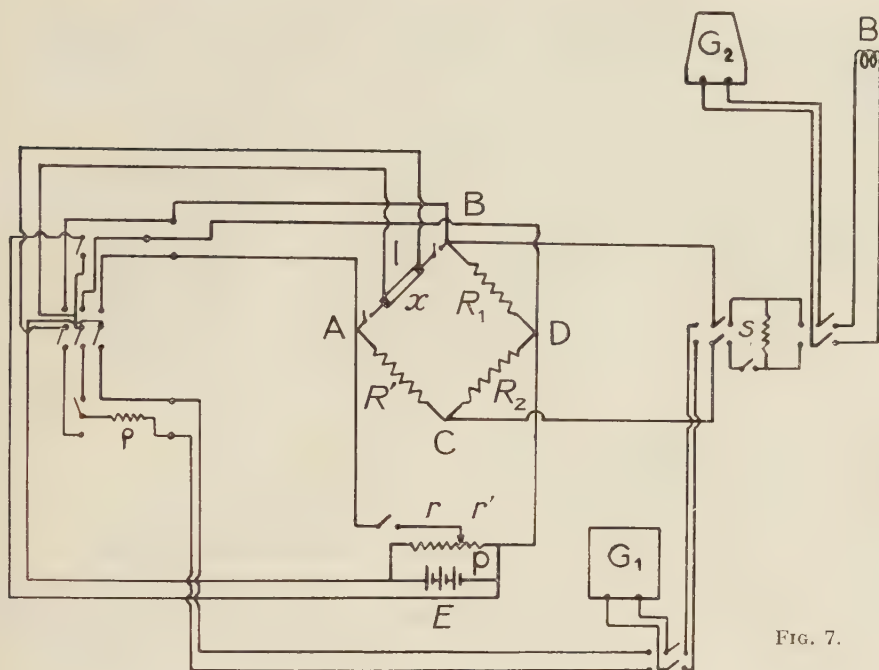


FIG. 7.

boîte de rapports décimaux.

Ce montage permet de mesurer la résistance des lames et leur évolution immédiatement après l'évaporation, les changements de résistance pendant le recuit et le coefficient de température de la résistance au cours du refroidissement après recuit.

4. Mesure des faibles variations de résistance. — Les variations de résistance des lames minces dans un champ magnétique sont parfois très faibles. Dans certains cas, il est nécessaire de pouvoir apprécier une variation relative de résistance $\Delta R/R$ de l'ordre de 10^{-6} . Comme seules les variations relatives de résistance sont importantes, on a utilisé encore le pont de Wheatstone. Les résistances du pont sont les mêmes que précédemment, mais le galvanomètre G_1 , insuffisamment sensible en tension, fait place à un galvanomètre G_2 ($R_{\text{int.}} = 14,7 \Omega$, $R_{\text{cr. ext.}} = 13 \Omega$, sensibilité en volts : $0,27 \cdot 10^{-6} \text{ V/mm}$ à 1 m) dont la sensibilité est augmentée en plaçant l'échelle de lecture du spot à 10,35 m du miroir. On peut apprécier 0,25 mm sur l'échelle, soit une tension de $6,5 \cdot 10^{-9} \text{ V}$.

Sensibilité de la méthode. — Soient E la tension fournie par les accumulateurs, Δv la tension aux bornes du galvanomètre, g la résistance du galvanomètre et s une résistance destinée à le faire fonctionner en régime critique. Si g' est la résistance équivalente de la branche BC du pont, on a la relation

$$\Delta v = E g' \frac{R' R_1 - x R_2}{g' (R' + R_2) (x + R_1) + R' R_2 (x + R_1) + x R_1 (R' + R_2)}.$$

La tension E doit être généralement inférieure à celle fournie par un accumulateur.

En effet, le coefficient de température des lames varie, suivant l'épaisseur, de 10^{-5} pour les plus minces à 10^{-3} environ pour les plus épaisses. Dans le cas des lames épaisses, une sensibilité de 10^{-5} est suffisante. Une variation de température de $0,01^\circ$ est alors décelable et on est amené à diminuer la tension pour éviter le moindre échauffement des lames par effet Joule.

La tension des accumulateurs est réduite au moyen du potentiomètre p (fig. 7). Si $r + r'$ est la résistance totale du potentiomètre, r' la résistance aux bornes de laquelle est prise la tension du pont et Δv la sensibilité du galvanomètre, on obtient l'expression

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta v}{E} \frac{R + R_2}{RR_2} \left[1 + r \left(\frac{1}{r'} + \frac{1}{r + R_1} + \frac{1}{R + R_2} \right) \right] \times \\ \times \left[(R + R_2) + \frac{R}{g'} (R_1 + R_2) \right],$$

dans laquelle $R = xR_2/R_1$ et $\Delta R = R' - R$.

La sensibilité de ce montage est comprise entre 10^{-6} pour les lames les plus minces et 10^{-5} pour les plus épaisses. Avec une sensibilité de cet ordre, on ne peut atteindre une bonne précision de mesure qu'après avoir éliminé tous les effets thermoélectriques en isolant thermiquement les différentes parties du montage (galvanomètre, shunt, interrupteurs et inverseurs, pont). On élimine ainsi toutes les déviations du galvanomètre dues aux forces thermoélectriques. D'autres causes d'erreurs subsistent, mais elles proviennent des lames. Nous y reviendrons au cours des différentes études (chap. III et IV).

6. Production d'un champ magnétique sous vide. — L'étude sous vide des propriétés magnétoélectriques des lames de nickel nous a amenée à construire un électro-aimant spécialement adapté. Après une description des différentes parties de cet électro-aimant (bobines magnétisantes et circuit magnétique), nous en donnerons les caractéristiques dans les conditions normales d'utilisation, puis dans les champs moyens et faibles. Une dernière partie résumera les possibilités de l'appareil.

1. Description de l'électro-aimant. — L'électro-aimant est fixé sur la platine supérieure de l'évaporateur. Les pièces polaires sont situées à l'intérieur de la cloche (fig. 8), tandis que les bobines sont à l'air, pour des raisons d'encombrement et surtout afin d'éviter l'échauffement sous vide des circuits magnétisants.

Les deux bobines, identiques, sont à axe vertical et se composent chacune de deux galettes refroidies par eau. Les noyaux traversent la platine supérieure. Leur fixation ainsi que l'étanchéité au vide sont assurées grâce à une collerette munie d'une gorge contenant un joint torique à vide. Les pièces polaires sont taillées en tronc de pyramide et délimitent un entrefer de section rectangulaire (10×20 mm), long de 21 mm.

Les lames de nickel sont introduites dans l'entrefer grâce à un système à crémaillère, manœuvré de l'extérieur, et servant à lever la fausse platine (fig. 3).

2. Caractéristiques et alimentation. — La courbe d'étalonnage a été obtenue à l'aide d'une bobine à spires aplaties répondant aux dimensions des lames de

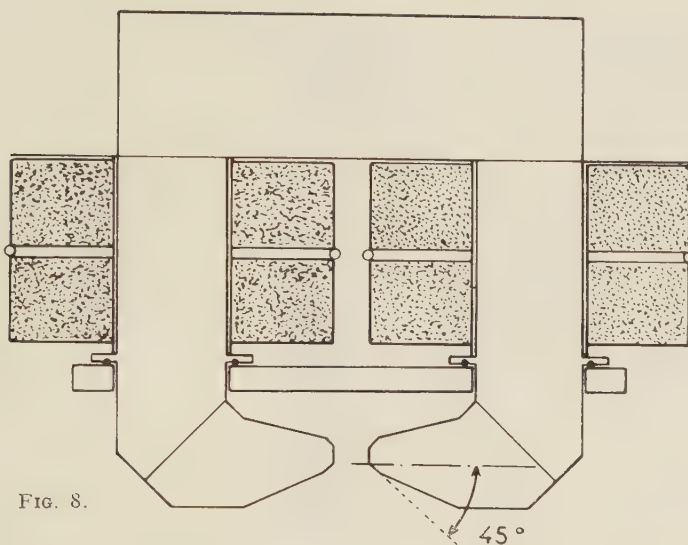


FIG. 8.

nickel. Le champ maximum utilisé est égal à 5 900 Oe. La portion de l'entrefer où se trouvent les lames est soumise à un champ uniforme à 1 ou 2 % près.

Les phénomènes de magnétorésistance sont particulièrement intéressants dans deux domaines de champs : d'une part dans les champs élevés (supérieurs à 2 000 Oe), d'autre part dans les champs moyens et faibles (5 à 500 Oe). L'utilisation de l'électro-aimant dans les grands champs ne présente aucune difficulté. Par contre, dans les champs faibles, il est nécessaire, soit de noter le champ à chaque mesure, soit d'effectuer des corrections appropriées.

3. Utilisation dans les champs faibles. — Un étalonnage de l'électro-aimant dans les champs faibles ($H = \pm 450$ Oe) montre que, par suite d'un effet de traînage magnétique, les valeurs du champ rémanent varient entre 20 et 30 Oe suivant la vitesse à laquelle les cycles sont effectués. Néanmoins, à l'approximation des mesures, la pente de la droite représentant le champ magnétique en fonction de la tension aux bornes de l'électro-aimant est constante quelle que soit la valeur du champ rémanent. Il suffit donc, à chaque passage à la rémanence, de mesurer $H_{\text{rém}}$. On en déduit la valeur du champ pour les autres points.

4. Possibilités de l'appareil. — L'électro-aimant ainsi construit ne permet pas de réaliser toutes les mesures souhaitables. On ne peut, en effet, placer les lames que dans une seule position par rapport au champ magnétique, ce dernier étant parallèle au plan des lames.

Les autres expériences d'effet magnétoélectrique ont été effectuées à l'air après recuit, soit dans un solénoïde, soit dans l'entrefer d'électro-aimants déjà existants. Elles ont nécessité des montages accessoires adaptés aux lames minces et qui seront décrits ultérieurement.

Le champ magnétique sous vide nous a permis :

1° d'effectuer des mesures de magnétorésistance sous vide et de comparer les résultats aux valeurs obtenues à l'air ;

2° d'étudier les lames avant recuit, aussitôt après leur stabilisation, et de comparer les mesures d'effet magnétoélectrique avant et après recuit.

II. Caractéristiques générales

Avant d'effectuer les mesures de magnétorésistance des lames minces de nickel nous avons été amenée à étudier un certain nombre de caractéristiques non magnétiques qui sont décrites dans le présent chapitre.

Les propriétés des différentes lames sont généralement exprimées en fonction de leur épaisseur. Aussi commencerons-nous par exposer la méthode de détermination des épaisseurs. Cette méthode est interférentielle. Elle est indirecte et nécessite, comme référence, la connaissance de la densité optique des lames. Il s'ensuit une étude de la densité optique en fonction de l'épaisseur.

Les phénomènes de magnétorésistance sont dans certains cas très petits et ne peuvent être observés avec une bonne précision que sur des lames parfaitement stables. Nous avons été ainsi conduite à suivre l'évolution des lames au cours de leur recuit. D'autre part, la connaissance du coefficient thermique de la résistance a permis d'évaluer la stabilité de température nécessaire au cours des mesures de magnétorésistance. Enfin, pour les ferromagnétiques, la variation thermique de la résistance présente une anomalie au voisinage du point de Curie. Il nous a semblé nécessaire de rechercher l'existence d'une telle anomalie dans le cas du nickel en lames minces. L'ensemble des propriétés électriques des lames est traité dans la seconde partie de ce chapitre.

La troisième partie est réservée à la structure des lames. Nous n'avons pu avoir recours qu'à un examen aux rayons X. En raison du peu de matière des lames minces et de la nature même des rayons X, les résultats obtenus ne peuvent fournir aucun renseignement précis. Nous les exposerons néanmoins puisque ce sont les seules données que nous ayons sur la structure des lames.

1. Mesure des épaisseurs. Propriétés optiques. — L'épaisseur des lames ne pouvait être mesurée directement au cours de l'évaporation. En effet, seul un contrôle électrique est compatible avec les montages situés dans la cloche. Ce contrôle, utilisé au cours des évaporations, permet simplement d'apprécier l'ordre de grandeur des épaisseurs, car la dispersion des valeurs de résistance pour une même épaisseur est importante.

Deux méthodes directes de mesure des épaisseurs sont couramment utilisées : la méthode pondérale et la méthode colorimétrique. Outre l'inconvénient qu'elles présentent de n'aboutir qu'à la détermination de l'épaisseur équivalente, dans le cas présent elles ne sont applicables avec une précision suffisante que pour des lames épaisses ($e \geq 700 \text{ \AA}$). Les lames utilisées ont des épaisseurs vraies comprises entre 300 et 720 $\text{\AA}$. Avec les microbalances les plus sensibles, la précision serait au mieux de 8 % pour 700 $\text{\AA}$ et 20 % pour 300 $\text{\AA}$. De plus ces procédés présentent l'inconvénient de nécessiter la destruction des lames.

Nous avons adopté la méthode des franges de Fizeau qui permet d'apprécier les épaisseurs vraies avec une précision très acceptable. Les épaisseurs des lames de

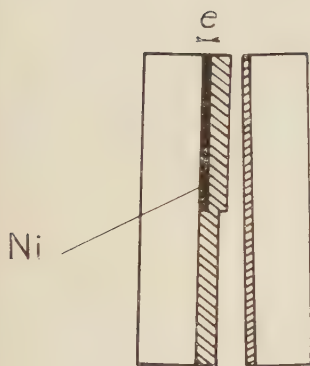


FIG. 9.

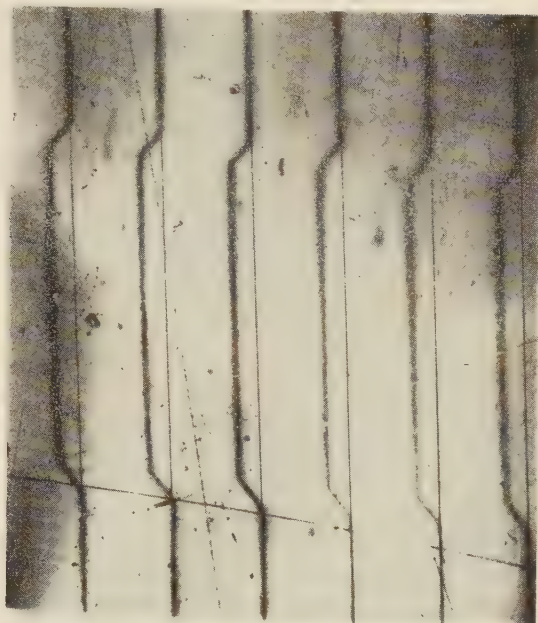


FIG. 10.

nickel sont déterminées indirectement car il est impossible de faire des mesures par interférométrie sur des lamelles de verre de 0,15 mm d'épaisseur et de réaliser un coin d'air sur une surface portant des surépaisseurs (contacts électriques). On effectue les mesures d'épaisseur sur des lames minces de nickel déposées sur des disques de verre optiquement plans. La mesure des densités optiques de ces dépôts permet d'établir la courbe d'étalonnage de l'épaisseur en fonction de la densité. L'épaisseur des lames de nickel préparées par évaporation pour l'étude de la magnéto-résistance est déterminée d'après cette courbe à partir de leur densité optique.

La validité de cette méthode repose sur l'égalité des densités optiques des lames de même épaisseur. Or, selon divers auteurs [11, 23], on n'observe de variations notables dans les propriétés optiques des lames que pour des épaisseurs inférieures ou égales à 200 Å. Au-dessus de 300 Å les écarts ne dépasseraient pas quelques pour cent.

Après avoir rappelé la méthode des franges de Fizeau, nous donnerons les précisions obtenues sur les mesures interférentielles, puis sur les mesures de densité optique et enfin les résultats correspondant aux diverses lames étudiées.

1. Franges de Fizeau. — Le principe de la méthode est représenté schématiquement sur la figure 9. Si x est l'interfrange et δx le décalage des franges dû à l'épaisseur e du dépôt de nickel, $e = p\lambda/2$. Or, $p = \delta x/x$, d'où

$$e = \frac{\delta x}{x} \frac{\lambda}{2}.$$

La méthode est d'autant plus sensible que les franges sont plus fines [24]. On

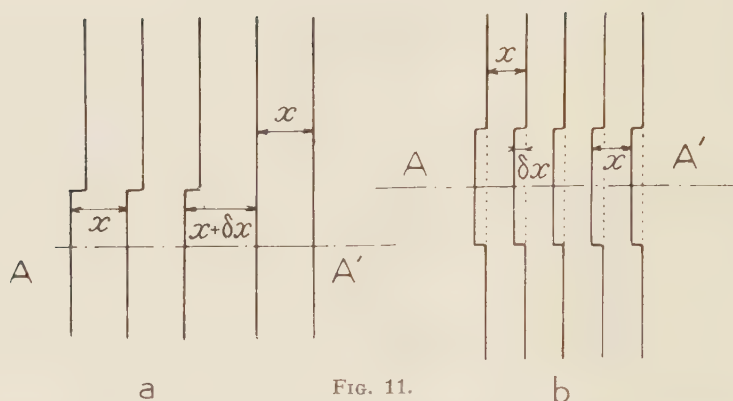


FIG. 11.

a donc avantage à utiliser un système avec facteur de réflexion suffisamment grand et à observer des franges d'ordre peu élevé, soit au voisinage de l'arête du coin. Le montage optique comprend une lampe à vapeur de mercure, un filtre interférentiel et un microscope métallographique utilisé avec sa puissance minimum. Les franges obtenues avec la raie violette ($\lambda = 4\,360 \text{ \AA}$) sont photographiées (fig. 10). Les mesures des décalages des franges sont faites sur les enregistrements des clichés au microphotomètre. La finesse des raies, définie par le rapport de l'interfrange à la largeur d'une frange, est égale à 25 lorsque l'ordre est peu élevé.

2. Précision de la méthode. — Elle dépend de la précision du pointé des franges. Deux méthodes sont utilisées pour déterminer les interfranges x et les décalages δx . Soit AA' la droite suivant laquelle est fait l'enregistrement au microphotomètre. Dans la première méthode (fig. 11a) δx est obtenu en faisant la différence $(x + \delta x) - x$. La seconde méthode consiste à ménager au milieu du dépôt de nickel un espace de 1 mm de large non recouvert de nickel. Les franges d'interférences obtenues sont représentées sur le schéma de la figure 11b. On trace sur la plaque des traits au rasoir, représentés en pointillé. δx est mesuré directement et l'on prend la valeur moyenne des δx . Dans tous les cas x est la moyenne de plusieurs mesures.

Pour la radiation utilisée, on trouve

$$e = \frac{4\,360}{2} 10^{-8} \times \frac{\delta x}{x}.$$

Sur un enregistrement, on a $x = 30 \text{ mm}$ et on peut apprécier 0,25 mm, soit une épaisseur de

$$\frac{2\,180 \times 10^{-8}}{120} = 18 \text{ \AA} \simeq 20 \text{ \AA}.$$

La méthode de Fizeau permet d'apprécier les épaisseurs avec une sensibilité comprise entre 2,5 % pour les lames les plus épaisses (720 Å) et 6 % pour les plus minces (300 Å).

L'épaisseur ainsi mesurée est la distance entre la couche d'argent recouvrant tout le galet et la surface de verre située sous le dépôt de nickel. Elle peut être différente de l'épaisseur vraie moyenne du nickel et dépend de la répartition des

premières couches d'atomes d'argent. Néanmoins, l'erreur introduite est vraisemblablement faible aux épaisseurs considérées ($e \geq 300 \text{ \AA}$).

3. Mesure des densités optiques. —

Les densités optiques d des lames de nickel sont mesurées au microphotomètre. Soit I_0 l'intensité lumineuse incidente et I l'intensité transmise, on a

$$d = \log \frac{I_0}{I} ;$$

la précision des mesures est égale à

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{1}{2,3} \frac{1}{d} \left(\frac{\Delta I_0}{I_0} + \frac{\Delta I}{I} \right) .$$

Sur les enregistrements au microphotomètre, on obtient directement I_0 et I .

I_0 correspond à un déplacement du spot de 450 mm et on apprécie 0,5 mm. Donc $\Delta I_0/I_0 \simeq 10^{-3}$. $\Delta d/d$ est égal à 10 %, 1,4 % et 2 % respectivement pour $d = 0,01$ (densité la plus faible étalonnée), $d = 0,15$ (densité de la lame la plus mince étudiée) et $d = 1,8$ (densité la plus élevée étalonnée). Lorsque les lames deviennent opaques, la méthode n'est plus valable.

La courbe représentant les densités optiques en fonction des épaisseurs (fig. 12) montre que les points se placent de manière satisfaisante le long de la courbe tracée.

4. Epaisseurs des lames de nickel. — La surface d'une lame métallique mince n'est pas uniforme. Elle se présente en « peau d'orange » et seule l'épaisseur moyenne a un sens et est mesurable. Les enregistrements au microphotomètre donnent les valeurs moyennes de densité sur de petits éléments de surface (de l'ordre de $0,005 \text{ mm}^2$). On observe des écarts assez importants, provenant d'un manque d'uniformité du dépôt, et vraisemblablement dus à une déformation de la source d'évaporation au cours de son chauffage. La distance moyenne entre la source et le support, ainsi que l'angle entre la surface d'évaporation et celle du support varient d'une région à l'autre de celui-ci. Ces écarts, dans les plus mauvaises conditions, peuvent atteindre 10 %. Pour toutes les lames, on a pris la moyenne des valeurs de la densité sur deux enregistrements traversant la lame, l'un à mi-distance des contacts, l'autre à 1 mm environ d'un des contacts. D'après les densités ainsi mesurées, les épaisseurs des lames sont comprises entre 305 et 720 Å. Ces valeurs sont portées sur le tableau I.

Les lames les plus minces ont un aspect grisâtre. Lorsque la densité optique augmente, elles deviennent gris plus foncé puis noires. Quelle que soit l'épaisseur, les dépôts sont toujours brillants.

2. Caractéristiques électriques. — Les conditions d'évaporation jouent un

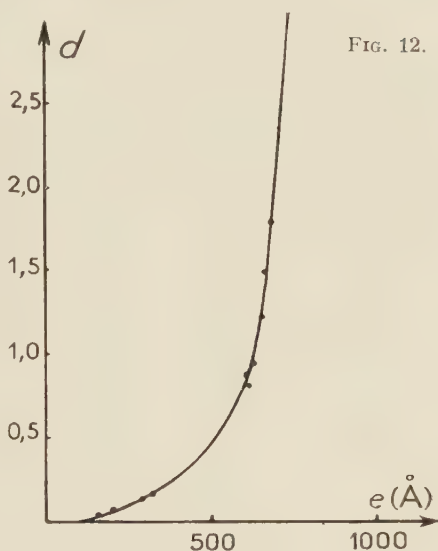


FIG. 12.

TABLEAU I

Lame n°	Densité optique	Epaisseur (Å)	Evaporation		R_s initiale (Ω)	τ
			Pression (mm de mercure)	Vitesse (Å/s)		
1	2,9	720	$1,60 \cdot 10^{-5}$	16	6,48	< 0
2	2	685	0,55	15,2	6,9	< 0
3	1,5	665	0,67	14,8	14,8	< 0
4	1,3 ₂	655	0,65	5,5	12,9	< 0
5	1,25	650	0,50	10,8	23,25	< 0
6	1,20	645	0,45	21,5	38,3	< 0
7	1,15 ₀	640	1,00	14,2	11,0	< 0
8	1,13 ₅	640	0,60	7,1	27,1	< 0
9	0,77	590	—	—	89,3	< 0
10	0,76 ₅	590	0,57	59	71,7	< 0
11	0,75	585	0,60	9,75	40,4	< 0
12	0,72	575	0,60	38	69,4	< 0
13	0,43	480	0,70	96	168,2	< 0
14	0,35	445	0,55	37	5 150	> 0
15	0,34	440	0,45	7,3	2 355	> 0
16	0,32 ₆	430	0,45	7,1	2 295	> 0
17	0,21 ₇	360	0,45	8	4 160	> 0
18	0,15	305	—	5,5	658 000	> 0

rôle très important sur un grand nombre de propriétés des lames minces et, tout particulièrement, sur leurs propriétés électriques [15]. Nous les avons soigneusement notées pour chaque lame. Les facteurs suivants : pression, durée d'évaporation, résistance initiale, sont portés sur le tableau I. Les évaporations sont effectuées sous une pression comprise généralement entre 0,5 et $0,7 \cdot 10^{-5}$ mm de mercure. La vitesse d'évaporation comptée entre le moment où apparaît une résistance décelable (500 M Ω) et la coupure du courant de chauffage de la source d'évaporation est assez rapide : 5 à 60 Å/s.

Avant d'étudier les différentes caractéristiques électriques des lames, nous rappellerons la signification des divers coefficients utilisés. $R_s = \rho/e$ est la résistivité superficielle ; c'est la résistance d'une couche carrée de 1 cm de côté. Les dimensions des lames étant un peu différentes de 1×1 cm, si l est la distance entre les contacts et a la largeur de la lame, la résistivité superficielle est égale à $R_s = Ra/l$. R_{s_i} , résistivité superficielle initiale, est la première valeur de R_s mesurée aussitôt après l'évaporation (au bout d'un temps compris entre 30 et 60 s). $\tau = (1/R)(\Delta R/\Delta t)$ est le coefficient de variation de la résistance en fonction du temps t ; il caractérise l'évolution. $\alpha = (1/R)(\Delta R/\Delta T)$ est le coefficient thermique de variation de la résistance. ρ est la résistivité des lames minces, ρ_0 la résistivité du nickel massif.

La valeur de ρ_0 admise est $0,72 \cdot 10^{-6} \Omega \times \text{cm}$ à 18 °C.

1. Evolution. — L'étude de l'évolution des lames avant recuit n'est pas systématique. Certaines sont recuites quelques minutes après l'évaporation (10 mn environ). D'autres sont maintenues pendant 1 ou 2 h à la température ambiante pour les mesures de magnétorésistance avant recuit. Dans ce cas, l'évolution est devenue très lente et les lames sont considérées comme stabilisées. Sur le tableau II, la résistance de ces lames avant recuit porte la mention st. On voit, d'après les valeurs indiquées, que la variation relative de résistance au cours de cette évolu-

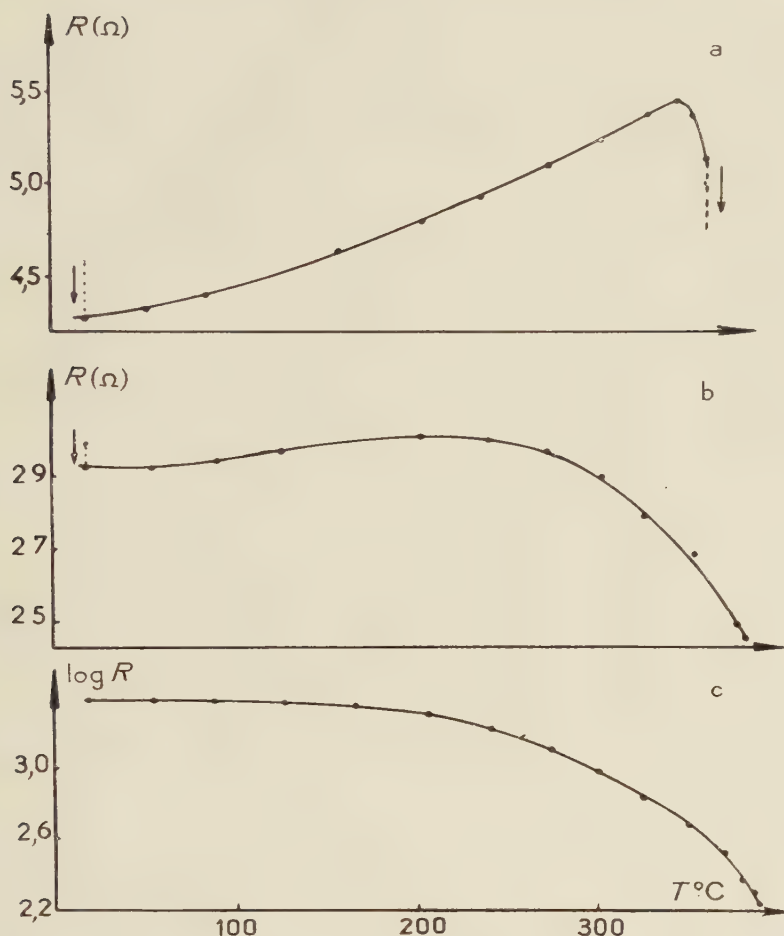


FIG. 13. — Evolution de la résistance des lames au cours du premier chauffage: a) lame épaisse ; b) lame moyenne ; c) lame mince.

tion est toujours faible, de l'ordre de quelques pour cent de la valeur initiale.

Le sens de l'évolution permet de classer les lames en deux types : les lames à coefficient τ négatif, dont la résistance diminue après l'évaporation, et les lames à coefficient τ positif caractérisées par une augmentation de la résistance au cours du temps. Si l'on compare les différentes lames en fonction de leur épaisseur, on constate l'existence d'une épaisseur « critique » départageant les lames d'après le signe de τ . Toutes les lames dont les épaisseurs sont égales ou supérieures à $480 \text{ \AA}$ présentent un coefficient d'évolution négatif. A partir de $445 \text{ \AA}$ et au-dessous, τ est positif. On en déduit que l'épaisseur critique est située entre 445 et $480 \text{ \AA}$. Avant d'essayer de donner une signification à cette épaisseur, nous étudierons les autres propriétés des lames.

2. Recuit et stabilité. — Les variations de résistance dues au recuit peuvent être réparties comme suit : influence du chauffage progressif jusqu'à la tempéra-

TABEAU II

Lame n°	$R_s(18^{\circ}\text{C})$ avant recuit		Recuit (durée)	$R_s(18^{\circ}\text{C})$ après recuit	$\alpha_{0^{\circ}}^{100^{\circ}} \cdot 10^3$	$\rho_{18^{\circ}} \cdot 10^5$	$\rho/\rho_0(18^{\circ}\text{C})$
1	1 ^{er} rec.	6,02 st	3 h	4,2	+1,23	3,02	4,2
2	2 ^e rec.	4,2	4 h	4,09	+1,30	2,95	4,1
3		5,01 st	1 h 45 m	4,62	+1,89	3,17	4,4
4		13,32 st	1 h 45	11,41	+0,85	7,59	10,53
5	1 ^{er}	12,12 st	2 h 45	10,8	+0,713	7,07	9,82
6	2 ^e	10,8	1 h 10	10,7	+0,718	7,01	9,74
7		21,65	4 h 15	18,5	+0,571	12,02	16,7
8		37,4	4 h	33,45	+0,095	21,6	30
9		10,33 st	1 h	—	—	6,4	8,9
10	1 ^{er}	25,4 st	3 h 45	24,45	+0,538	15,65	21,75
11	2 ^e	24,9	45	24,75	+0,438	15,85	22
12	1 ^{er}	86,8	4 h 30	74,5	+0,240	44	61
13	2 ^e	75	3 h 15	77,7	+0,187	45,8	63,7
14	3 ^e	78,25	4 h	81,1	+0,151	47,8	66,4
15		71,5	4 h 30	52,5	+0,381	31	43
16		38,34	—	—	—	22,6	31,4
17		68,4 st	4 h	67,7	+0,135	39	54,2
18	1 ^{er}	167 st	2 h 15	165,5	+0,089	79,4	110
19	2 ^e	168	6 h	146,6	+0,081	70,3	98
20	3 ^e	147,15	4 h	137,1	+0,041	65,8	91,5
21	4 ^e	137,5	4 h	134,1	+0,034	64,4	90,5
22	1 ^{er}	5 210	3 h 15	239	+0,015	106	147
23	2 ^e	247,5	1 h 30	236	+0,012	105	146
24	1 ^{er}	2 390	4 h	175,7	—0,001 8	77,3	107,5
25	2 ^e	180,2	2 h 15	168,9	0	74,3	103
26		2 330	4 h	205,5	+0,018	88,4	123
27		4 360	5 h 45	200	+0,049	72	100
28	1 ^{er}	678 000	4 h 45	3 585	—1,045	1 090	1 510
29	2 ^e	7 720	3 h 15	3 480	—1,029	1 060	1 470

ture de recuit, évolution au cours du recuit, effet du recuit sur la valeur de la résistance à 18 °C. On étudie ensuite la stabilité des lames à l'air en fonction de l'épaisseur et du recuit.

Le chauffage des lames depuis la température ambiante jusqu'à 385 °C dure environ 1 h et donne lieu à trois sortes de comportements. Les lames stabilisées, à coefficient d'évolution négatif, présentent une augmentation de résistance sous l'effet de la température. Dès que la température du recuit est atteinte, on observe une diminution de la résistance (fig. 13a). Dans le cas des lames « non stabilisées » à coefficient τ négatif, cette diminution de résistance commence à une température moins élevée, comprise entre 150 et 300 °C suivant les cas (fig. 13b). Il y a vraisemblablement superposition de deux processus : une diminution de résistance par évolution et une augmentation de résistance due à l'élévation de température. Le second processus est d'abord prépondérant, puis le premier l'emporte. Les lames à coefficient τ positif, dont la résistance initiale est élevée ($R_{si} > 2\,000\,\Omega$), subissent une diminution très importante de résistance (fig. 13c) dès le début du chauffage.

Pendant le recuit à 385 °C, la résistance continue à décroître ; ensuite, au bout d'un temps variable suivant les lames, elle passe par un minimum, puis se met à augmenter dans le cas des lames à coefficient τ positif. Certaines lames ont subi plusieurs recuits à quelques jours d'intervalle. Les effets des recuits successifs sont additifs.

Les valeurs de la résistivité superficielle avant et après les différents recuits sont portées sur le tableau II. On voit que le premier recuit a toujours pour effet une diminution de résistance. Puis la résistance à 18 °C croît ou décroît selon que les recuits produisent une augmentation ou une diminution de résistance.

L'évolution totale sous vide des lames à coefficient τ négatif est faible. La diminution relative de résistance est de quelques pour cent avant recuit et de 10 % environ par suite du recuit. Les lames à coefficient positif sont caractérisées par une diminution très importante de la résistance qui se trouve divisée par 10 ou 20 et même 200 pour une lame très mince.

L'influence de l'air s'est manifestée sur toutes les lames, dès la diminution du vide. Sous une pression de l'ordre de 10^{-3} mm de mercure, on observe déjà une augmentation de résistance. C'est le cas des lames maintenues dans la cloche un certain temps, les pompes étant arrêtées. Mais dans ces conditions de faible pression l'augmentation de résistance semble réversible et, après un nouveau recuit, il n'en reste pas de traces. Par exposition prolongée à l'air, à l'abri des poussières, la résistance augmente lentement au cours du temps. Les valeurs des résistivités superficielles obtenues après un an d'exposition à l'air montrent que l'augmentation de résistance passe de quelques pour cent ou même moins pour les lames les plus épaisses à 30 et même 100 % pour les plus minces.

Il semble normal que ce phénomène soit d'autant plus important que les lames sont plus minces puisque la surface devient de plus en plus importante par rapport au volume. Mais il augmente dans des proportions considérables qui ne peuvent être attribuées uniquement aux dimensions des lames. Il est vraisemblable que l'état de porosité intervient pour une large part dans l'accroissement important de résistance des lames les plus minces. Les lames conservent le même aspect brillant et la même couleur grise ou noire qu'à la sortie de la cloche. Aucune coloration n'a jamais été observée ; il semble donc qu'il ne se soit pas ou presque pas produit de phénomènes d'oxydation.

La lame n° 11, à coefficient d'évolution négatif, n'a pas été recuite en raison d'un défaut de fonctionnement du four. Nous l'avons néanmoins étudiée normalement. Cette lame est aussi stable que les autres. Ainsi, dans le cas de lames minces de nickel déposées par évaporation, le recuit ne paraît nécessaire à la stabilité que pour les lames à coefficient d'évolution positif.

3. Coefficient thermique de résistance. — L'étude de la variation de la résistance en fonction de la température est effectuée au cours du refroidissement après recuit. On peut alors considérer qu'aucune évolution ne vient altérer cette variation. Le coefficient de température de la résistance présente un double intérêt : les variations de α en fonction de l'épaisseur et de la température sont liées aux propriétés électriques et magnétiques des lames.

a) *Variation de α en fonction de l'épaisseur.* — Les valeurs de α portées sur le tableau II ont été déterminées entre 0 et 100 °C. Les lames à coefficient τ négatif sont caractérisées par un coefficient α positif. α est toujours inférieur à la valeur correspondant au nickel massif et diminue avec l'épaisseur. Dans le cas des lames à coefficient τ positif, α est très faible et parfois négatif.

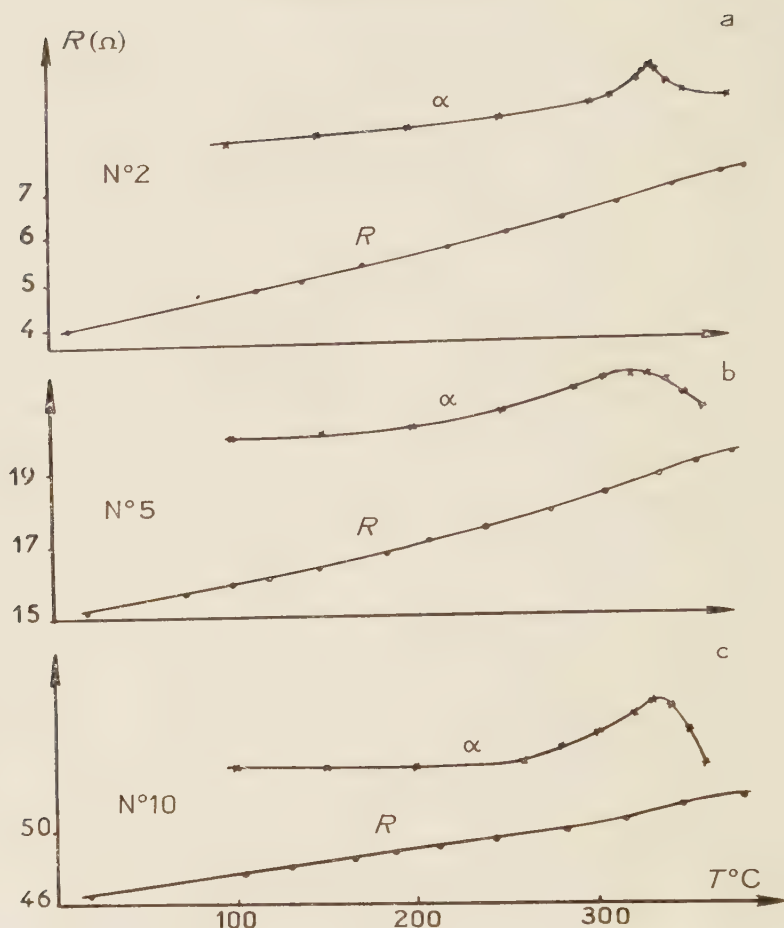


FIG. 14. — Variation thermique de la résistance et du coefficient α ,
lames d'épaisseur supérieure à 480 Å.

b) *Variation de α en fonction de la température.* — On observe deux types de courbes nettement différentes suivant le signe de τ . Les lames épaisses (τ négatif) sont caractérisées par une anomalie de résistance avec une valeur de α maximum à 330 $^{\circ}\text{C}$. Bien qu'elle soit beaucoup plus faible, cette anomalie rappelle celle du nickel massif [25, 26] (fig. 14) et semble due au ferromagnétisme des lames. On verra plus loin (chap. III et IV) que seules les lames à coefficient d'évolution négatif présentent des phénomènes de magnétorésistance caractéristiques des ferromagnétiques.

On n'observe pas cette anomalie pour les lames à coefficient τ positif, mais leur résistance passe par un maximum situé à 275°, 346° ou même à une température plus élevée, puis α devient négatif (fig. 15a). Seule la lame n° 18, de beaucoup la plus mince, est caractérisée par un coefficient α fortement négatif. Sa résistance semble tendre vers une valeur minimum pour les températures très élevées (fig. 15b).

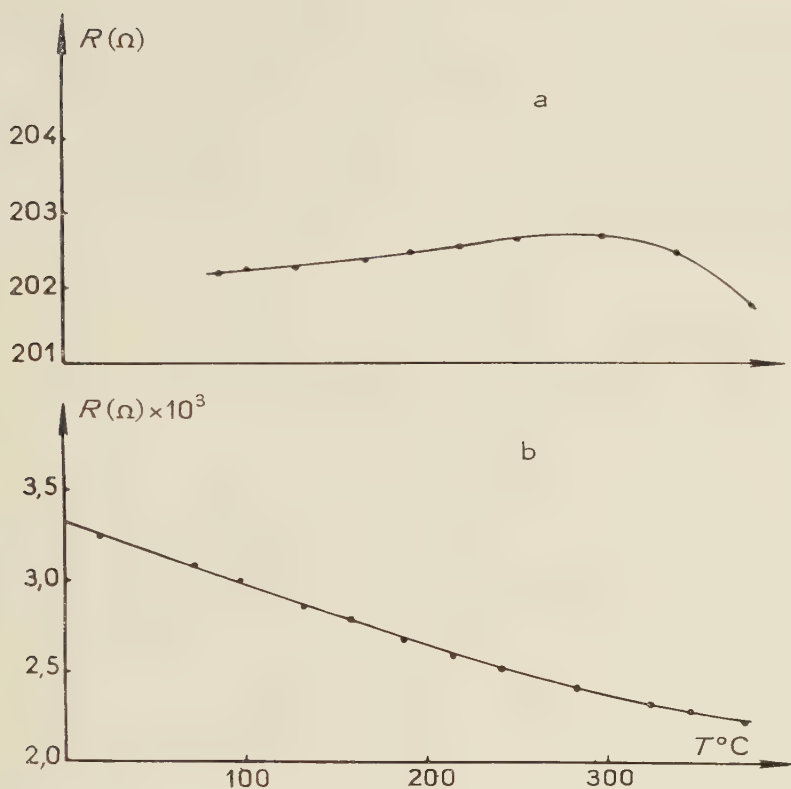


FIG. 15. — Variation thermique de la résistance, lames d'épaisseur inférieure ou égale à 480 Å.

4. Résistivité. — Les valeurs de la résistivité ρ sont portées sur le tableau II. Ces valeurs sont prises sous vide, après le dernier recuit subi par les lames et à la température ambiante (18 $^{\circ}\text{C}$). On voit que, si l'épaisseur croît, la résistivité diminue rapidement, puis de plus en plus lentement. Elle reste toujours supérieure à celle du nickel massif. Le rapport ρ/ρ_0 de la résistivité des lames à celle du nickel massif varie (tableau II) de 4,48 pour l'échantillon le plus épais à 1 400 environ. Il est égal à 90 pour la lame d'épaisseur 480 Å, soit au voisinage de l'épaisseur critique. Sur la figure 16, on a tracé la courbe de la résistivité superficielle R_s en fonction de l'épaisseur. R_s varie sensiblement comme ρ avec l'épaisseur.

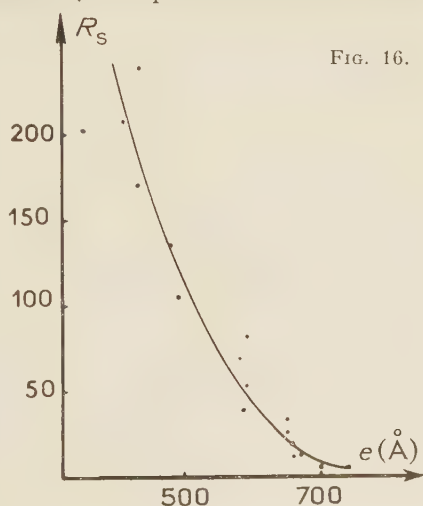


FIG. 16.

Dans le cas des lames soumises à plusieurs recuits, on a noté les valeurs de ρ_{16} et α après chaque recuit (tableau II). On constate que α et ρ varient en sens contraires pour les lames d'épaisseur supérieure à 480 Å. Toutefois, le produit $\alpha\rho$ est loin d'être constant. Les coefficients α et ρ varient dans le même sens pour les lames les plus minces. La lame d'épaisseur 480 Å se comporte comme les plus minces. On peut admettre que la lame n° 13, qui se rapproche par son comportement soit des lames plus épaisses, soit des plus minces, correspond à l'épaisseur critique que nous fixons par suite à 480 Å.

5. Conclusions. — Les résistivités des lames de nickel étudiées sont toujours très supérieures à celles du nickel massif et ne peuvent être attribuées à une diminution du libre parcours moyen Λ des électrons [27].

A la température ambiante, Λ est de l'ordre de grandeur des épaisseurs considérées et ne pourrait introduire qu'une augmentation de résistivité de quelques pour cent. Il semble que ces lames ne soient pas uniformes, mais qu'il existe des lacunes d'autant plus nombreuses et importantes que l'épaisseur diminue.

Les valeurs du coefficient α , inférieures à celle du nickel massif, prouveraient également le caractère lacunaire des lames. A la diminution de la conductibilité due à l'élévation de température se superposerait une diminution de résistance imputable à la structure des lames. La décroissance importante de la résistance à haute température, dans le cas des lames à coefficient τ positif, pourrait être due à un effet thermoélectronique se superposant aux précédents [15].

La faible variation de résistance des lames à coefficient τ négatif serait attribuée au fait que, même non recuites, ces lames possèdent une structure bien définie. La diminution de la résistance au cours du recuit proviendrait d'un réarrangement de structure par suite de la diminution des tensions. L'augmentation ultérieure pourrait s'expliquer par la formation lente de groupements locaux.

La résistance des lames à coefficient τ positif diminue considérablement lors de leur premier recuit. On peut attribuer ce fait à une structure différente de ces lames après l'évaporation. Il ne serait pas impossible qu'avant recuit elles soient amorphes.

L'existence d'une épaisseur critique égale à 480 Å et délimitant deux types de comportements distincts des lames semble confirmer cette hypothèse. Seule une étude de la structure des lames permettra d'éclaircir ce problème.

3. Examen aux rayons X. — Cet examen a porté sur trois lames choisies d'épaisseurs différentes : une lame épaisse (685 Å), une moyenne (585 Å) et une mince (430 Å) d'épaisseur inférieure à l'épaisseur critique. Elles ont été soumises à la radiation $K\alpha$ du cuivre, d'une part sur un diffractographe, d'autre part dans une chambre de Debye-Scherrer.

Le diagramme de Debye-Scherrer de la lame épaisse révèle l'existence des 4 premières raies du nickel, correspondant aux distances réticulaires suivantes : 2,035 ; 1,76 ; 1,245 et 1,063 Å. On peut conclure à l'existence d'une structure cubique à faces centrées correspondant au paramètre du nickel ($a = 3,52$ Å). Les raies sont faibles, surtout les deux dernières, vraisemblablement en raison du peu de matière, mais fines, ce qui prouve la présence de cristaux bien formés.

Les diagrammes des deux autres lames présentent seulement la première raie correspondant au plan (111) du réseau du nickel. Il n'est pas possible de conclure si l'absence des autres raies est due au manque de matière ou à l'absence des autres distances réticulaires.

Les trois enregistrements du diffractographe révèlent seulement l'existence de la première raie. Mais, dans tous les cas, cette raie est fine.

L'examen aux rayons X montre que le nickel est cristallisé dans le cas des lames les plus épaisses. Seules des études au microscope et au diffractomètre électroniques permettraient d'obtenir des données plus précises sur la structure de ces lames.

III. Magnétorésistance dans le domaine de l'aimantation technique

La magnétorésistance des ferromagnétiques se manifeste par deux types de phénomènes [28]:

1° dans le domaine de l'aimantation technique, une variation assez importante de la résistance, indépendante du sens du champ et du courant, et fonction de l'angle θ du champ H et du courant électrique i . Si le courant est parallèle au champ, il se produit une augmentation de résistance sous l'effet du champ. Si le courant est perpendiculaire au champ, on observe une diminution de la résistance. Ce phénomène est lié aux processus d'aimantation ;

2° une décroissance très faible due à l'action du champ appliqué. Cette diminution, masquée dans les champs moyens par le premier phénomène, n'est observable directement que dans les grands champs.

Le présent chapitre est consacré à la magnétorésistance des lames de nickel dans le domaine de la saturation technique. Les mesures effectuées dans les champs élevés feront l'objet du chapitre IV.

L'étude de la magnétorésistance dans les champs moyens doit être menée de manière à mettre le mieux possible en évidence les processus d'aimantation. Aussi avons-nous tracé les cycles d'hystérésis obtenus en faisant varier le champ magnétisant entre deux valeurs extrêmes $+H_M$ et $-H_M$. Les mesures effectuées sur les lames de nickel sont de trois types (fig. 17) :

effet magnétoélectrique longitudinal ($\parallel$), le champ est dans le plan de la lame et parallèle au courant ;

effet magnétoélectrique transversal ($\perp$), le champ est dans le plan de la lame et perpendiculaire au courant ;

effet magnétoélectrique perpendiculaire ($\perp$), le champ est perpendiculaire au plan de la lame et au courant. Ce dernier effet est légitimé par l'anisotropie de forme des lames minces.

Nous décrirons d'abord les montages et les méthodes spécialement adaptés à ces mesures. Puis, l'allure générale des phénomènes observés nous permettra de faire quelques hypothèses sur la structure magnétique des lames. Après une étude comparative des différentes lames nous signalerons l'influence de certains facteurs susceptibles de modifier les processus d'aimantation.

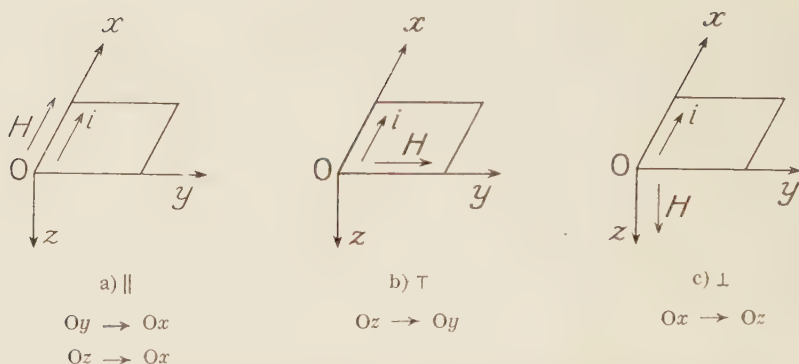


FIG. 17. — Schéma des différents types de mesures de magnétorésistance : a) effet parallèle ; b) effet transversal ; c) effet perpendiculaire.

1. Montage et méthodes de mesure. — L'électro-aimant (n° 1), monté sur la cloche de l'évaporateur, ne permet d'effectuer qu'une partie des mesures. Les autres sont réalisées à l'air, soit dans l'entrefer d'un électro-aimant, soit dans un solénoïde.

Quel que soit l'appareillage utilisé, le plus gros obstacle à l'obtention de résultats corrects est la variation de la température des lames. On a vu dans le chapitre I comment l'échauffement des lames par effet Joule peut être évité. Il reste à mettre les lames à l'abri des fluctuations de la température ambiante. Elles sont placées dans une enceinte refroidie par eau. L'eau, du fait de sa capacité calorifique élevée, possède une inertie thermique bien supérieure à celle de l'air. Pourtant, il était illusoire de prétendre obtenir une constance de température de l'ordre d'une fraction de degré ($0,01^\circ$ pour les lames les plus épaisses) pendant toute la durée d'un cycle de mesures (0,5 à 1 h). Aussi avons-nous utilisé une méthode de mesure différentielle.

1. Production des champs magnétiques. — Les mesures sous vide sont effectuées dans l'entrefer de l'électro-aimant (n° 1) construit à cet effet. Le courant maximum du circuit magnétisant est égal à $\pm 0,2$ A et correspond à un champ $H = \pm 444$ Oe. Ces mesures portent sur l'effet transversal de toutes les lames sauf une lame (n° 7) qui, en raison d'une disposition différente des contacts, a été étudiée en effet longitudinal.

Les autres expériences sont réalisées dans l'air. Un solénoïde sert aux mesures effectuées lorsque le champ magnétique est dans le plan des lames. Le champ maximum, pour un courant de ± 4 A, est égal à ± 363 Oe. En raison de l'importance du champ démagnétisant dans la direction perpendiculaire à leur plan ($H_d = -4\pi J \simeq 6000$ Oe pour le nickel massif), les lames sont soumises à un champ élevé pour l'étude de l'effet perpendiculaire. Un électro-aimant (n° 2), muni de pièces polaires cylindriques, produit un champ de 8 000 Oe pour l'aimantation des lames perpendiculairement à leur plan.

2. Circulations d'eau. — a) *Mesures sous vide.* — Les variations de température dues aux mouvements d'air ne sont pas à craindre, mais on risque un échauf-

fement des pièces polaires de l'électro-aimant. Cet inconvénient est éliminé grâce à la circulation d'eau des bobines, qui refroidit les noyaux et, par suite, les pièces polaires. Par surcroît de précaution, la circulation d'eau du four fonctionne également.

b) *Mesures dans l'air*. — Le solénoïde possède une chemise d'eau intérieure aux bobinages. Le problème du refroidissement est donc résolu. Il est nécessaire de prendre la précaution d'obturer le solénoïde à ses deux extrémités afin de supprimer le courant d'air qui s'y forme.

L'électro-aimant n° 2 ne comporte pas de système de refroidissement. Les lames sont isolées thermiquement dans un boîtier cylindrique en laiton muni d'une circulation d'eau. Deux trous ménagés dans la paroi permettent le passage des fils allant au pont de mesure.

Dans tous les cas, il est nécessaire d'attendre environ une heure et demie après la mise en route des circulations d'eau pour qu'un équilibre de température suffisant soit atteint.

3. *Méthode de mesure*. — Les mesures sont effectuées suivant une méthode différentielle : un point de mesure est choisi comme référence (champ $H = 0$ dans le solénoïde et champ $\pm H_M$ pour les électro-aimants). La résistance correspondant à chaque point est mesurée immédiatement avant ou après celle du point de référence et l'on décrit autant de cycles qu'il est nécessaire pour obtenir tous les points désirés (1 cycle pour 4 points). Cette méthode est valable, puisque les cycles de magnétorésistance sont exactement reproductibles.

La méthode différentielle ne nécessite une constance rigoureuse de la température que pendant l'intervalle de temps séparant deux mesures consécutives (1,5 à 2 mn). Grâce à ces précautions, on peut mesurer les variations de résistance avec une erreur relative comprise entre 10^{-5} et $5 \cdot 10^{-5}$ suivant les lames, soit de l'ordre de grandeur de la sensibilité du montage.

2. *Allure générale des phénomènes*. — Les lames de nickel les plus minces (épaisseur inférieure à 480 Å) ne présentent aucune variation de résistance décelable entre 0 et 360 Oe, quel que soit le type d'effet considéré. On verra plus loin, au cours de leur étude dans les champs élevés, que la résistance de ces lames décroît d'abord très lentement en suivant une loi en H^2 , puis, pour un champ situé entre 600 et 8 000 Oe, diminue proportionnellement à H . Aucune hystérésis n'est observée dans ce cas. Ainsi, les lames d'épaisseur inférieure à 480 Å, même recuites, ne se comportent pas comme des substances ferromagnétiques.

Toutes les lames d'épaisseur supérieure à l'épaisseur critique définie au chapitre II présentent, même avant recuit, un effet magnétoélectrique. L'allure des cycles et le sens du phénomène sont les mêmes que dans le cas du nickel massif, mais les variations de résistance sont plus faibles que pour le métal massif et différent suivant les lames.

Soit $\Delta R/R$ la variation relative de résistance, R étant la résistance de la lame en champ nul et ΔR la différence entre la résistance correspondant à un champ donné H et la valeur R . Nous allons décrire la variation de $\Delta R/R$ le long des cycles de magnétorésistance pour les trois types d'effets étudiés.

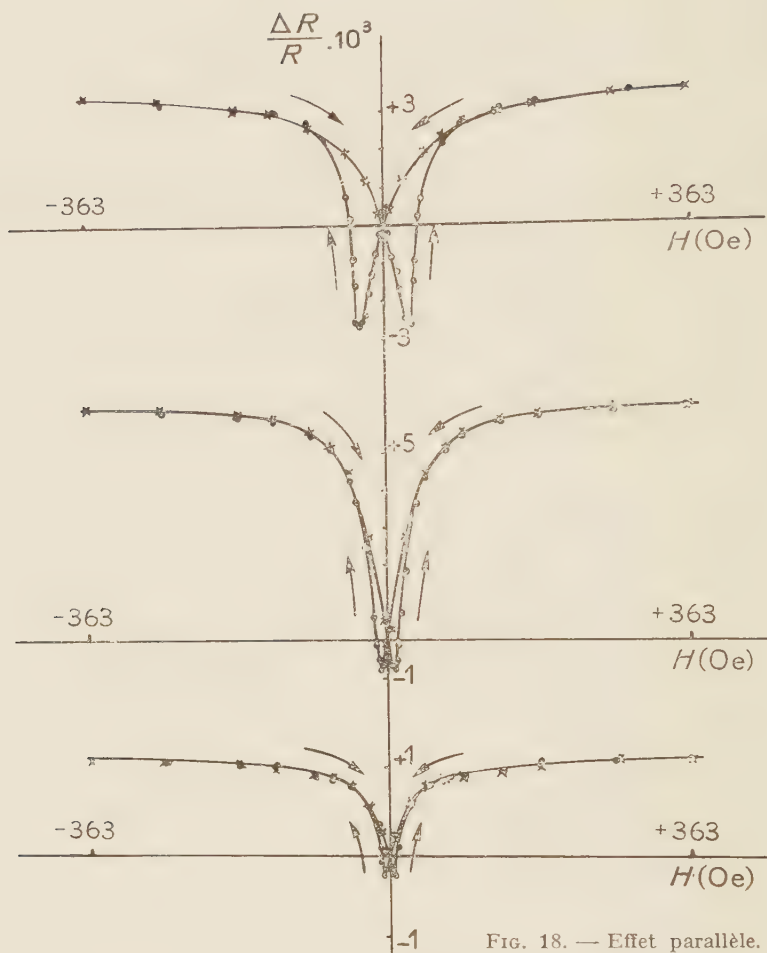


FIG. 18. — Effet parallèle.

1. **Effet longitudinal** ($\parallel$) (fig. 18). — Faisons croître le champ H depuis 0 jusqu'à sa valeur maximum $+H_M$ (363 Oe). La résistance commence par décroître jusqu'à un minimum $(\Delta R/R)_{\text{rém}}$ qui, généralement, est un point de rebroussement. Nous appellerons H_{cr} le champ correspondant à ce minimum. La résistance augmente ensuite rapidement, puis de plus en plus lentement. Au champ H_M correspond la valeur $(\Delta R/R)_H$. Si $(\Delta R/R)_M$ est l'écart maximum de résistance observé sur la courbe, on a

$$\left(\frac{\Delta R}{R}\right)_M = \left(\frac{\Delta R}{R}\right)_{\text{rém}} + \left(\frac{\Delta R}{R}\right)_H.$$

A partir de sa valeur H_M , faisons décroître le champ. La résistance diminue jusqu'à sa valeur initiale atteinte pour $H = 0$. Les deux courbes sont superposées entre H_M et un champ H_{irr} . Au-dessous de H_{irr} , on observe une hystérésis.

$(\Delta R/R)_{\text{irr}}$ est l'écart relatif de résistance entre $H_{\text{rém}}$ et H_{irr} . $b = \left(\frac{1}{R} \frac{\Delta R}{\Delta H}\right)_H$ est

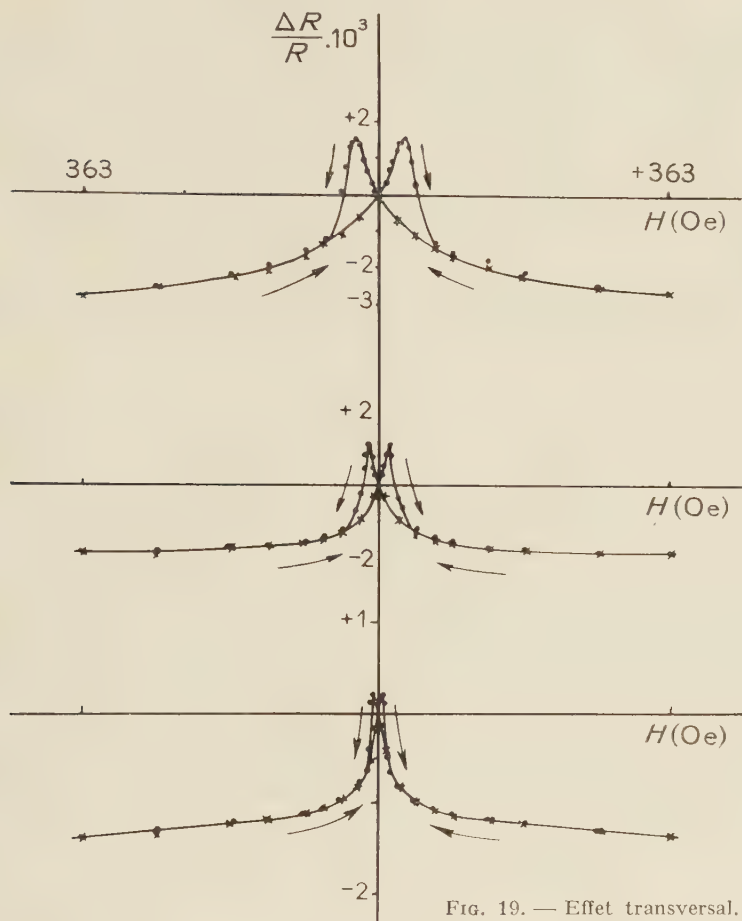


FIG. 19. — Effet transversal.

la tangente à la courbe, déterminée pour le champ maximum.

Si le champ est inversé, on obtient une courbe symétrique de la première.

2. Effet transversal (fig. 19). — Les courbes ont même allure que pour l'effet longitudinal, les variations des résistances se produisant en sens contraire.

3. Effet perpendiculaire. — Le sens des phénomènes est le même que pour l'effet transversal, mais les courbes peuvent être réparties en trois types. Certaines sont semblables à celles obtenues dans l'effet transversal, abstraction faite de l'ordre de grandeur des champs utilisés (fig. 20b). D'autres sont en forme de cloche, avec ou sans hystérésis (fig. 20a). Un dernier type a un aspect plus complexe : la branche correspondant aux champs croissants présente un minimum et un maximum et la branche correspondant aux champs décroissants possède un maximum (fig. 20c).

3. Relations entre les cycles de magnétorésistance et les processus d'aimantation.

— **1. Métal massif.** — Un échantillon ferromagnétique polycristallin se

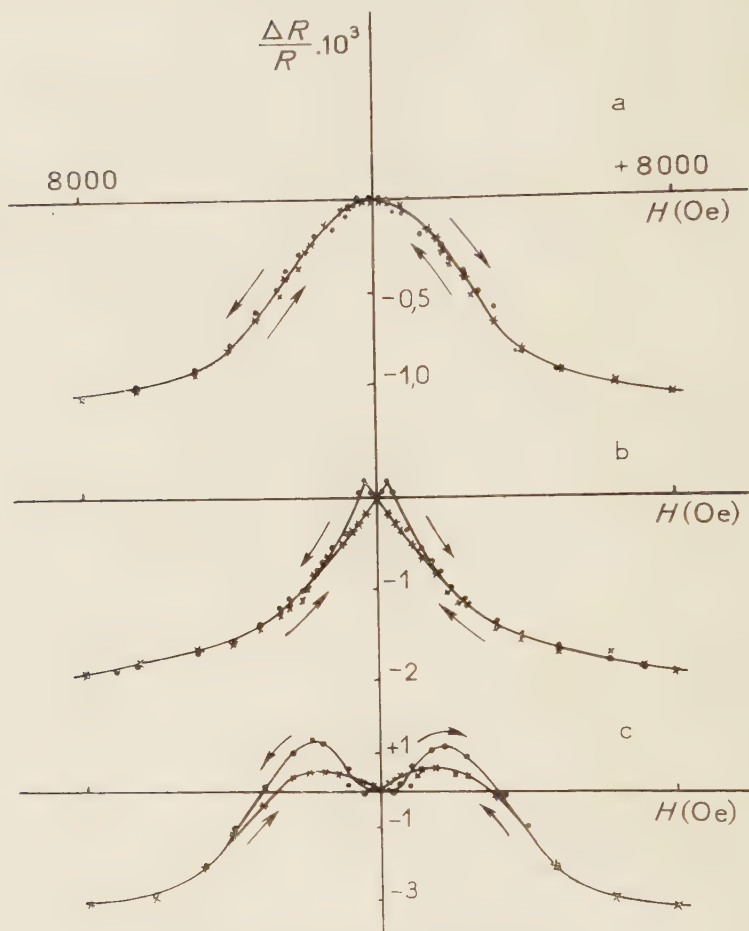


Fig. 20. — Effet perpendiculaire.

compose d'un grand nombre de régions appelées domaines tous aimantés à saturation [29]. A l'état désaimanté, les aimantations $\vec{J}$ des différents domaines sont réparties au hasard et l'aimantation résultante est nulle (fig. 21a). Sous l'action d'un champ appliqué H , l'aimantation de l'échantillon se produit suivant deux processus différents : une augmentation de volume des domaines favorisés par le champ H au détriment d'autres défavorisés (fig. 21c), une rotation de l'aimantation des domaines vers la direction du champ (fig. 21d). Sur les schémas de la figure les lignes en pointillé représentent les parois des domaines. Dans la région balayée par une paroi au cours de l'accroissement d'un domaine, il s'est produit un « retournement » de l'aimantation pouvant s'effectuer à « 90° » ou à « 180° ». Nous utiliserons le terme « retournement » pour la commodité du langage.

Les processus d'aimantation le long d'une courbe d'aimantation se répartissent schématiquement comme suit : dans les champs faibles se produisent les déplace-

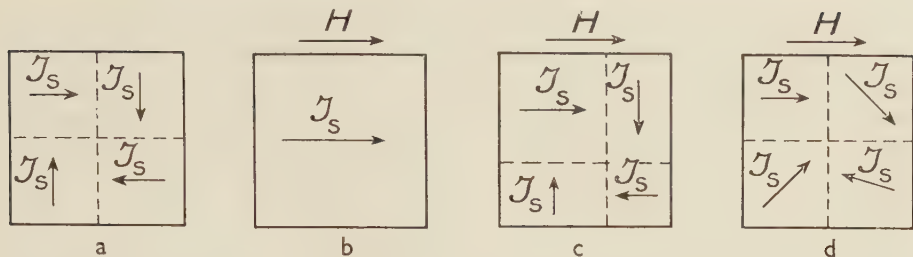


FIG. 21. — Processus d'aimantation : a) état désaimanté, b) aimantation à saturation, c) aimantation par déplacements de parois, d) aimantation par rotations.

ments irréversibles de parois : les rotations réversibles se situent dans les champs plus élevés.

Les phénomènes de magnétorésistance, comme la magnétostriction, sont liés uniquement à la plus grande partie des retournements à 90° et des rotations. Comme la résistance est indépendante du sens de l'aimantation, tous les retournements à 180° , ainsi que les retournements à 90° et rotations effectués dans le plan perpendiculaire au courant, sont sans effet sur la résistance électrique d'un échantillon polycristallin. La variation de résistance le long d'une courbe de magnétorésistance correspond alors aux processus suivants : dans les champs faibles, une variation rapide et irréversible (hystérésis) liée aux retournements à 90° , puis une variation plus lente due aux rotations. Le champ H_{irr} défini plus haut délimite grossièrement la fin des retournements à 90° . Le champ H_{cr} dépend de la répartition des directions d'aimantation des domaines au voisinage du champ nul. Sa valeur est influencée par les tensions. Dans le cas du métal massif, il est très voisin du champ coercitif. Nous supposons, en ce qui concerne les lames minces, que le champ H_{cr} donne un ordre de grandeur du champ coercitif et qu'une augmentation ou une diminution de H_{cr} correspond à une variation correspondante du champ coercitif.

2. Lames minces. — Dans le cas des lames minces de nickel, il est difficile de se prononcer sur les processus d'aimantation. En effet, l'épaisseur maximum des lames étudiées ici ($720 \text{ \AA}$) est légèrement inférieure à l'épaisseur critique au-dessous de laquelle, selon C. Kittel, il ne peut plus théoriquement se former de parois [1, 2]. On aurait un domaine unique orienté parallèlement au plan de la lame, l'aimantation ne pouvant se produire que par rotation. L'énergie nécessaire est alors plus grande que dans le cas de déplacements de parois et, par suite, les champs coercitifs sont élevés. Cette théorie n'est malheureusement valable que dans des cas très délimités (lames monocristallines) et les calculs ne sont simples que pour le fer, à condition que le plan de la lame ne coïncide pas avec une direction de facile aimantation. D'autre part, L. Néel [5, 6] a montré la possibilité de la formation de parois beaucoup plus minces que dans le métal massif (épaisseur d'environ $500 \text{ \AA}$). Les lames minces d'épaisseur même très inférieure à l'épaisseur critique peuvent être formées de domaines séparés par des parois perpendiculaires à leur plan. De ces diverses théories, nous retiendrons quelques lois générales applicables aux lames de nickel polycristallines et poreuses.

Les cycles de magnétorésistance des lames sont caractéristiques de l'existence de domaines : les champs coercitifs peu élevés et la variation rapide de la résistance dans les champs faibles correspondent à des retournements de domaines ; la variation plus lente de la résistance dans les champs plus élevés est due aux rotations. Le terme « domaine » doit être compris dans un sens bien particulier ; en effet, les conditions d'énergie libre ne sont pas les mêmes que pour le métal massif. Les effets de surface prennent une importance d'autant plus considérable que les lames sont plus minces ; en particulier intervient l'anisotropie de surface sur chaque face de la lame et sur le pourtour de tous les pores ou discontinuités à l'intérieur des lames [30]. Il n'est pas impossible qu'il se forme des domaines de dimensions beaucoup plus petites que dans le métal massif et de forme aplatie ou allongée.

Les processus d'aimantation doivent être en grande partie influencés par l'anisotropie de forme : plus l'épaisseur diminue, plus les « domaines » ont tendance à être orientés suivant une direction voisine du plan de la lame. Dans ce cas, l'aimantation dans une direction perpendiculaire au plan de la lame se fera à l'encontre de l'énergie d'anisotropie de forme f_{an} [2] :

$$f_{an} = \frac{1}{2} \mathcal{J}^2 (N_o \cos^2 \theta - N_t \sin^2 \theta) = - 2 \pi \mathcal{J}^2 \sin^2 \theta \simeq 2 \pi \mathcal{J}^2,$$

où N_o et N_t sont les facteurs de désaimantation dans le plan et perpendiculairement au plan de la lame. L'aimantation est alors proportionnelle au champ ; il n'y a plus d'hystérésis et le champ coercitif est nul.

L'aimantation dans le plan de la lame fait intervenir l'anisotropie cristalline et les tensions internes. Dans le cas du nickel, on peut admettre que l'anisotropie cristalline est petite devant les tensions qui introduisent l'énergie f_t [29] :

$$f_t = \frac{3}{2} \lambda T \sin^2 \theta.$$

où λ est le coefficient de magnétostriction et T la tension interne. Le champ coercitif est alors donné par $\langle H_c \rangle = \frac{3}{2} \frac{\lambda T}{\mathcal{J}_s}$ et sa valeur permet d'apprécier les tensions internes.

Un autre facteur pourrait intervenir dans la valeur du champ coercitif. Si les lames sont poreuses, on peut les assimiler à des poudres tassées. Si l'aimantation a lieu dans le plan de la lame, le champ coercitif sera donné par la formule [1]

$$H_c = (1 - \beta p) 2 \pi \mathcal{J}_s,$$

où p est le facteur de « tassement ». Dans le cas du nickel, $\beta = 1,1$, soit

$$H_c = (1 - 1,1 p) 2 \pi \mathcal{J}_s.$$

La comparaison des résultats obtenus sur les différentes lames en fonction de leur épaisseur permettra, sur ces bases, de faire quelques hypothèses sur les processus d'aimantation des lames minces polycristallines.

4. Etude des lames en fonction de leur épaisseur. — Les mesures effectuées dans les grands champs (chap. IV) permettent de calculer l'anisotropie magnétique en

champ nul $\Delta(0)$ ainsi que la pente $\beta = (1/R)(\Delta R/\Delta H)$ caractéristique de la diminution de résistance due au champ. A partir de ces valeurs, on a déterminé les rapports

$$\left| \frac{\Delta R}{R} \right|_{\text{rém}} / \Delta(0) \quad , \quad \left| \frac{\Delta R}{R} \right|_{\text{irr}} / \Delta(0) \quad , \quad \left| \frac{\Delta R}{R} \right|_{\text{M}} / \Delta(0) \quad \text{et} \quad |\Delta b| / \Delta(0)$$

($\Delta b = b - \beta$ est la variation relative de résistance pour le champ H_M due aux phénomènes d'aimantation). Ces rapports caractérisent l'importance relative des processus d'aimantation pour chaque lame : $|\Delta R/R|_{\text{rém}}/\Delta(0)$ correspond aux retournements à 90° entre la rémanence et l'état désaimanté ; $|\Delta R/R|_{\text{irr}}/\Delta(0)$ dépend de l'importance des phénomènes irréversibles tandis que $|\Delta R/R|_{\text{M}}/\Delta(0)$ et $|\Delta b|/\Delta(0)$ traduisent l'approche à la saturation.

Les différentes valeurs ainsi déterminées, de même que H_{cr} et H_{irr} , sont portées sur les tableaux III, IV et V. On observe, exception faite pour H_{irr} et $|\Delta R/R|_{\text{rém}}/\Delta(0)$, une loi de variation en fonction de l'épaisseur des lames. Nous allons étudier successivement chacun de ces rapports.

1. **Champ H_{cr} .** — Tant pour l'effet $\parallel$ que pour l'effet $\perp$, les valeurs de H_{cr} sont comparables à celles du métal massif : 3,5 à 35 Oe. Ces valeurs semblent très faibles. En effet, pour des lames monocristallines de nickel de cette épaisseur, des valeurs de H_c de l'ordre de 100 Oe ont été obtenues par divers auteurs [8, 11]. D'autre part, on observe une diminution de H_{cr} lorsque l'épaisseur décroît (fig. 22) en contradiction avec l'hypothèse d'un domaine unique.

Il semblerait que, plus l'épaisseur diminue, plus les lames, dans le cas d'une aimantation dans leur plan, sont magnétiquement douces. Ceci est en accord avec l'anisotropie de forme favorisant l'aimantation dans le plan de la lame et peut être attribué également à une diminution des tensions. Les lames épaisses présentent des tensions parfois élevées. On a même observé la rupture de lames épaisses dès le début du chauffage après leur évaporation. Il paraît vraisemblable que, même recuites, les lames les plus épaisses conservent plus de tensions internes que les plus minces.

En admettant que le rapport de la constante de magnétostriction λ à l'aimantation à saturation $\mathcal{J}_s$ ait même valeur que pour le métal massif, les valeurs extrêmes des tensions

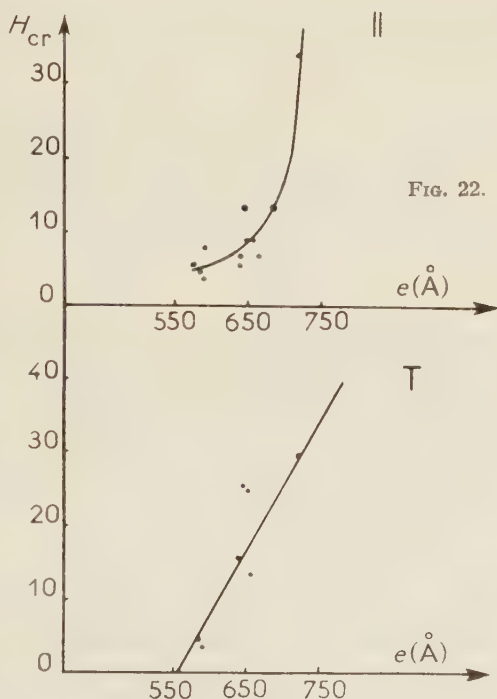


FIG. 22.

TABLEAU III

Lame n°	Epaisseur (Å)	$H_{cr} \parallel$	$H_{cr} \top$	$H_{irr} \parallel$	$H_{irr} \top$
1	720	34	29,5	90,7	68
2	685	13,6	13,6	50	54
3	665	6,8	9,1	18,1	36
4	655	9,1	13,6	31,7	50
5	650	9,1	25	31,7	90,7
6	645	13,6	25,4	68	113
7	640	5,4	15,8	20,4	45,3
8	640	6,8	6,8	22,6	36
9	590	3,6	3,6	22,6	22,6
10	590	8,1	20,8	90,7	136
11	585	4,5	4,5	13,6	50
12	575	5,4	11,3	68	90,7

TABLEAU IV

Lame n°	$\left \frac{\Delta R}{R} \right _M / \Delta(0) \parallel$	$\left \frac{\Delta R}{R} \right _M / \Delta(0) \top$	$\left \frac{\Delta R}{R} \right _M / \Delta(0) \perp$	$\left \frac{\Delta b}{\Delta(0)} \right \times 10^6 \parallel$	$\left \frac{\Delta b}{\Delta(0)} \right \times 10^6 \top$	$\left \frac{\Delta b}{\Delta(0)} \right \times 10^6 \perp$
2	0,885	0,158	—	32,2	36,1	—
3	0,76	0,22	—	36,7	14,35	—
4	0,93	0,38	0,58	80,2	61,8	32,6
6	0,54	0,38	0,57	50	105	20
8	0,39	0,815	0,98	45,3	60,5	42,7
9	0,377	0,384	—	0	236	—
10	0,55	0,284	0,68	126	180	10,5
11	0,448	0,545	0,73	95,4	174	2,14
12	0,45	0,572	0,825	99	86	3,75

TABLEAU V

Lame n°	$\left \frac{\Delta R}{R} \right _{rem} / \Delta(0) \parallel$	$\left \frac{\Delta R}{R} \right _{rem} / \Delta(0) \top$	$\left \frac{\Delta R}{R} \right _{irr} / \Delta(0) \parallel$	$\left \frac{\Delta R}{R} \right _{irr} / \Delta(0) \top$	$\left \frac{\Delta R}{R} \right _{irr} / \Delta(0) \perp$
2	0,150	0,059 5	0,76	0,132	—
3	0,154	0,077 5	0,53	0,177	—
4	0,099	0,165	0,527	0,33	0,394
6	0,170	0,199	0,510	0,33	0,32
8	0,064	0,066	0,245	0,53	0,34
9	0,028	0,028	0,31	0,225	—
10	0,050	0,063 5	0,43	0,218	0,055
11	0,043	0,053 5	0,196	0,213	0,29
12	0,116	0,134	0,357	0,43	0,00

calculées d'après la formule $\langle H_c \rangle = \frac{3}{2} \frac{\lambda T}{\tilde{J}_s}$ seraient :

pour $H_c = 35$ Oe, $T = 3,5 \cdot 10^8$ dynes/cm² $\simeq 3,5$ kg/mn.² ;

$H_c = 3,5$ Oe, $T = 0,35 \cdot 10^8$ dynes/cm² $\simeq 0,35$ kg/mm².

Ces valeurs sont faibles par rapport à celles mesurées par certains auteurs ($2,5 \cdot 10^9$ dynes/cm²) [31]. La diminution des tensions avec l'épaisseur pourrait s'expliquer par un accroissement de la porosité des lames. Au contraire, les lames monocristal-

lines continues seraient, en raison des forces de cohésion tendant à grouper les atomes en amas, soumises à des tensions d'autant plus élevées que l'épaisseur diminue.

Ces faits semblent en accord avec une théorie de L. Néel [32] attribuant, dans le cas du nickel, une plus grande importance aux tensions internes qu'aux inclusions dans la valeur du champ coercitif.

Dans l'effet perpendiculaire, le champ coercitif dépend principalement de l'énergie d'anisotropie. Certaines lames ont effectivement un champ coercitif nul et présentent une courbe de magnéto-résistance sans hystérésis (fig. 23a). Les variations de résistance sont dans ce cas proportionnelles

au carré de l'aimantation [33]. La figure 23b montre que $(\Delta R/R)^{1/2}$ est une fonction linéaire du champ appliqué H , en accord avec une aimantation par rotations irréversibles [2].

Les autres types de courbes sont difficilement explicables en raison des phénomènes d'hystérésis plus ou moins compliqués qui se produisent et permettent rarement de déterminer une valeur du champ coercitif. Vraisemblablement, il y a superposition des différents facteurs (énergies de tension, d'anisotropie, effets de porosité) qui sont plus ou moins prépondérants suivant la valeur de l'énergie apportée par le champ.

2. Variations relatives de résistance. — Rappelons brièvement la signification des variations de résistance dans les différents effets $\parallel$, $\top$ et $\perp$. Soit Oxy le plan de la lame, Ox étant la direction du courant (fig. 17). On représentera schématiquement les vecteurs aimantation des différents domaines par leurs trois composantes suivant Ox , Oy et Oz perpendiculaire au plan de la lame. L'effet $\parallel$ est introduit par les changements de $\vec{J}$ de Oy en Ox et de Oz en Ox . L'effet $\top$ correspond à $Ox \rightarrow Oy$ et l'effet $\perp$ à $Ox \rightarrow Oz$.

a) $|\Delta R/R|_M/\Delta(0)$. — Les valeurs de $|\Delta R/R|_M/\Delta(0)$ sont portées sur la figure 24 en fonction de l'épaisseur. Dans l'effet $\parallel$ ce rapport augmente avec l'épaisseur. Pour les lames les plus épaisses, il est même voisin de l'unité. Par contre les effets $\top$ et $\perp$ sont caractérisés par une diminution de $|\Delta R/R|_M/\Delta(0)$ lorsque l'épaisseur augmente. Alors que ce rapport tend vers 0,5 pour l'effet $\perp$, il est faible dans

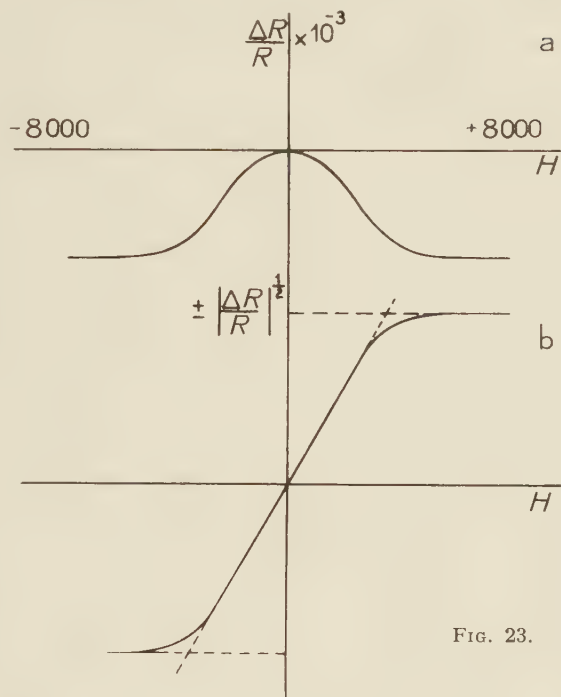


FIG. 23.

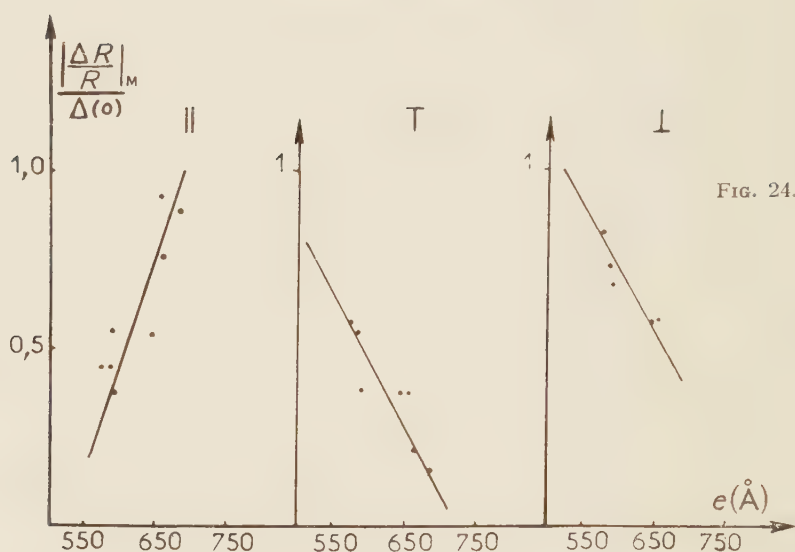


FIG. 24.

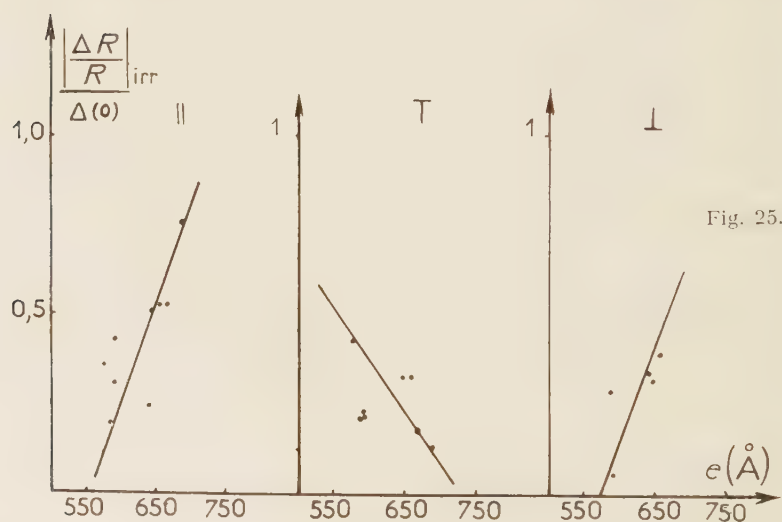


Fig. 25.

l'effet T. L'augmentation de l'effet $\parallel$ ne peut donc être dû qu'à l'accroissement du terme $Oz \rightarrow Oz$, c'est-à-dire que le nombre de domaines perpendiculaires au plan de la lame augmente avec l'épaisseur.

Dans les lames les plus minces, $|\Delta R/R|_M/\Delta(0)_\perp$ tend vers l'unité, ce qui correspond à l'absence à peu près totale de domaines perpendiculaires au plan. Pour l'effet T et l'effet $\parallel$ qui n'introduit plus que le terme $Oy \rightarrow Oz$, il est voisin de 0,5. On en déduit une répartition isotrope des domaines dans le plan de la lame.

b) $|\Delta R/R|_{irr}/\Delta(0)$. - Les valeurs de ce rapport (fig. 25) présentent une analogie avec $|\Delta R/R|_M/\Delta(0)$ dans les effets $\parallel$ et T. Dans l'effet $\perp$, $|\Delta R/R|_{irr}/\Delta(0)$

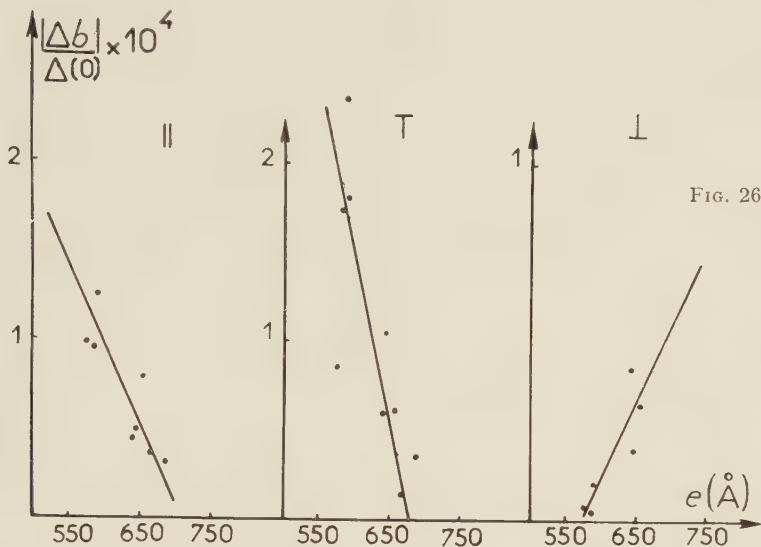


FIG. 26.

diminue rapidement avec l'épaisseur et arrive même à s'annuler, alors que $|\Delta R/R|_M / \Delta(0)$ tend vers l'unité. On peut en conclure que, au fur et à mesure que les domaines ont tendance à s'orienter dans le plan de la lame, les processus irréversibles provoquant l'orientation perpendiculairement au plan diminuent. L'aimantation a lieu par rotations réversibles, ce qui est en accord avec l'anisotropie de forme [1].

3. **Approche à la saturation.** — La pente relative de la variation de résistance pour le champ le plus élevé utilisé H_M peut donner une idée de l'approche à la saturation : plus $|\Delta b| / \Delta(0)$ est faible, plus on est proche de la saturation.

Les valeurs obtenues pour les effets $\parallel$ et $\perp$ (fig. 26) montrent un accroissement de ce rapport lorsque l'épaisseur des lames diminue, c'est-à-dire que la saturation dans le plan des lames est atteinte plus rapidement pour les lames les plus épaisses que pour les plus minces. Ce fait peut être attribué à une forme de dureté magnétique. Il est connu que la dureté magnétique dépend des tensions internes et des inclusions. Dans le cas présent les inclusions, constituées par les porosités, interviennent vraisemblablement seules : plus les lames sont minces, plus elles sont poreuses et plus difficilement la saturation est atteinte.

Dans l'effet perpendiculaire, le champ maximum H_M est beaucoup plus élevé (8 000 Oe) et, à part la lame la plus épaisse étudiée, la saturation est toujours atteinte. $|\Delta b| / \Delta(0)$ a été calculé pour le champ de 6 000 Oe (choisi parce qu'égal au champ démagnétisant pour l'aimantation $\mathcal{J}_s$ correspondant au métal massif). La saturation est d'autant plus rapidement atteinte (fig. 26) que les lames sont plus minces, contrairement à ce qui est observé pour les effets parallèle et transversal. L'anisotropie de forme n'intervenant pas dans ce sens, deux raisons peuvent être invoquées. Si l'aimantation $\mathcal{J}_s$ diminue avec l'épaisseur, le champ démagnétisant, égal à $4\pi\mathcal{J}_s$, diminue aussi et le champ effectif agissant sur les lames est d'autant plus grand que les lames sont plus minces.

En outre, l'accroissement de la dureté magnétique avec l'épaisseur peut être attribué à l'augmentation des tensions (dans le plan de la lame le champ coercitif varie dans le rapport de 1 à 10 entre la lame la plus mince et la plus épaisse [34, 35]). Le rôle des porosités serait le plus important dans les effets parallèle et transversal, et le terme tension dans l'effet perpendiculaire. En effet, la « dureté magnétique » due aux porosités provient des champs démagnétisants locaux. Ces derniers ne peuvent avoir une influence que dans le plan de la lame. Perpendiculairement à la lame, ils sont négligeables relativement au champ démagnétisant de forme.

4. Influence du recuit. Tensions. Champ additionnel. — Toutes les lames magnétiques le sont déjà avant recuit. En aucun cas on n'a transformé par recuit une lame non magnétique en lame magnétique. Le recuit a toutefois une certaine influence sur la magnétorésistance.

a) *Recuit et champ coercitif.* — Après recuit, on observe une diminution du champ H_{cr} . Ce fait est en accord avec une réduction des tensions. Les tensions dues à la différence de contraction du support et de la lame n'interviennent que pour une part minime dans les tensions totales même après recuit. En prenant 7.10^{-6} comme différence des coefficients de dilatation du nickel et du verre, pour un refroidissement de 400° et en supposant que le nickel en lame mince ait les mêmes constantes élastiques que le nickel massif, on obtient des tensions de l'ordre de 3.10^4 dynes/cm², correspondant à un champ coercitif négligeable.

b) *Recuit et magnétorésistance.* — Exception faite pour une lame épaisse (n° 2), seules les branches décroissantes des cycles ont été tracées avant recuit. On observe toujours après recuit une diminution de l'effet transversal. Plusieurs recuits successifs peuvent continuer à réduire faiblement l'effet transversal. Par contre, il se produit une augmentation faible de l'effet parallèle. Ces résultats sont valables quelle que soit l'épaisseur des lames. La diminution de l'effet parallèle est, avec l'augmentation de l'effet transversal, une preuve d'une augmentation du nombre de domaines dans la direction perpendiculaire au plan de la lame. Ce fait est en accord avec la diminution des tensions par recuit, la magnétostriction du nickel étant négative.

c) *Champ additionnel.* — L'influence d'un champ faible constant h parallèle au plan de la lame, mais perpendiculaire à H , est étudiée sur la lame la plus épaisse. h est dirigé suivant Ox , dans l'effet transversal, et suivant Oy dans l'effet longitudinal (fig. 17).

Pour les deux effets on observe une augmentation très importante de la variation de résistance dans les champs faibles (partie de la courbe présentant de l'hystérésis). Simultanément, la valeur de H_{cr} diminue. Sur la figure 27 on a porté les valeurs de $|\Delta R/R|_M$ et de H_{cr} obtenues en fonction de h pour l'effet transversal. Le fait qu'un champ faible suffise à augmenter de manière considérable ($|\Delta R/R|_M$ est triplé pour $H = 15$ Oe) les variations de résistance est une preuve supplémentaire en faveur de l'existence de domaines. L'énergie apportée par le champ h , quoique faible, suffit à modifier de manière très importante la répartition des domaines élémentaires.

d) *Effet magnétoélectrique en fonction de l'angle θ .* — La variation de la résistance en fonction d'un champ H contenu dans le plan de la lame mais faisant un angle $\theta = 52,5^\circ$ avec le courant donne lieu à des phénomènes assez complexes. On a pratiquement la superposition de deux champs variant simultanément : $H \cos \theta$ suivant Ox et $H \sin \theta$ suivant Oy . La branche décroissante du cycle obtenu ainsi que la partie réversible de la branche croissante sont caractéristiques de l'effet parallèle. La variation de résistance dans les champs croissants faibles est caractéristique de l'effet transversal. Le champ H_{cr} est augmenté, mais $H_{cr} \sin \theta = H_y$ est égal au champ H_{cr} de l'effet parallèle.

Il semble difficile de tirer des conclusions valables de cet essai, sinon que la composante transversale du champ semble prépondérante au voisinage du champ coercitif (domaine des processus irréversibles), tandis que la composante parallèle paraît intervenir surtout dans le domaine des processus réversibles.

5. **Conclusions.** — L'étude de la magnéto-résistance dans le domaine de l'aimantation technique apporte quelques renseignements sur les processus d'aimantation des lames minces de nickel polycristallines et lacunaires.

Les valeurs faibles des champs coercitifs, la forme des courbes de magnéto-résistance et l'effet d'un champ additionnel sont caractéristiques de l'existence de domaines magnétiques. Les dimensions des domaines et les épaisseurs des parois sont déterminées par des conditions d'énergie libre différant de celles des métaux massifs et seraient sensiblement réduites.

Il semble que la petitesse des champs coercitifs provienne en partie de tensions internes faibles. La présence de porosités paraît doublement confirmée par la dureté magnétique et les faibles valeurs des tensions.

Il serait intéressant de comparer les cycles de magnéto-résistance aux courbes d'aimantation de ces lames et de mesurer certains facteurs tels que la perméabilité initiale, le champ coercitif et la loi d'approche à la saturation. Cette étude permettrait de lever certains doutes sur la « structure magnétique » des lames minces.

IV. Magnéto-résistance des lames de nickel aimantées à saturation

Dans les grands champs, les phénomènes de magnéto-résistance sont beaucoup moins complexes que dans le domaine de la saturation technique. Les variations de résistance observées sont dues à l'action du champ magnétique sur un échan-

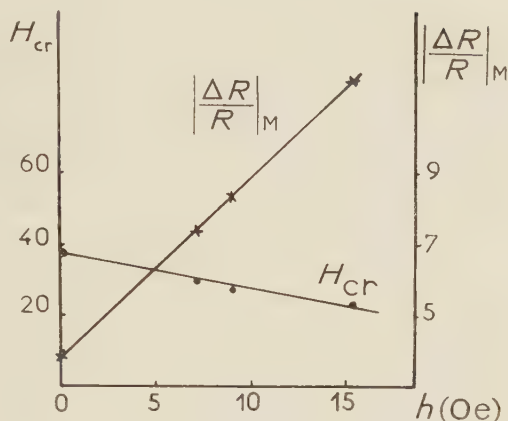


FIG. 27. — Effet d'un champ additionnel h perpendiculaire à H sur les cycles de magnéto-résistance.

tillon aimanté uniformément à saturation. Les mesures effectuées par divers auteurs sur le nickel massif [28, 36, 37] ou en lames minces [21] ont mis en évidence l'existence d'une décroissance linéaire très faible de la résistance en fonction du champ magnétique, attribuée à l'augmentation de l'aimantation spontanée sous l'effet du champ [28]. Selon ces mêmes auteurs, la pente caractérisant la diminution de résistance est indépendante de la direction du champ par rapport au courant.

A ce phénomène s'ajoute un effet d'orientation important : à champ constant, la valeur de la résistance varie suivant une loi sinusoidale en fonction de l'angle θ du champ et du courant [29]. La différence $R_{\parallel} - R_{\perp}$ caractérise l'anisotropie magnétique de résistance, responsable des variations importantes de résistance accompagnant les processus d'aimantation.

Ces deux effets sont étudiés sur les lames minces de nickel, le courant électrique et le champ magnétique étant contenus dans leur plan. Un dispositif de mesure est spécialement réalisé pour satisfaire à l'ensemble des conditions requises : champs magnétiques élevés, rotation des lames dans leur plan, stabilité de la température. Après la description de ce dispositif, nous donnerons les résultats obtenus en fonction du champ H et de l'angle θ pour les lames minces et un échantillon de nickel massif. On verra ensuite dans quelle mesure ces résultats sont susceptibles d'apporter des indications sur l'état magnétique des lames minces. Le comportement des lames non magnétiques justifie une étude particulière qui sera faite à la fin du chapitre.

1. Dispositif de mesure. — Les mesures de magnétorésistance à saturation nécessitent l'obtention de champs aussi élevés que possible. D'autre part, les lames doivent tourner dans leur plan lors des mesures d'anisotropie et être enfermées dans une enceinte à température constante. Ces deux dernières conditions ne permettent pas d'obtenir des champs magnétiques très élevés en raison de la longueur de l'entrefer (53 mm). Avec l'électro-aimant utilisé pour les mesures d'effet perpendiculaire, le champ ne dépasse pas alors 3 000 Oe. Nous avons pu disposer d'un électro-aimant du type Weiss qui, avec un entrefer de 53 mm, produit un champ de 8 000 Oe. Les mesures ont été effectuées entre 4 000 et 8 000 Oe.

Les lames sont fixées, à l'intérieur d'un boîtier refroidi par eau, sur une petite plate-forme circulaire en plexiglas reposant sur une cale et fixée en son centre sur une tige verticale (fig. 28). Cette tige traverse la paroi du boîtier et porte extérieurement un index se déplaçant le long d'une division graduée. En manœuvrant l'index, on provoque la rotation de la lame fixée sur la plate-forme. Les gra-

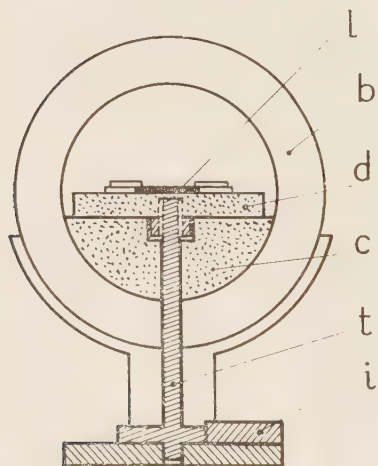


FIG. 28. — b, boîtier ; l, lame ; d, disque en plexiglas ; c, cale en plexiglas ; t, tige en laiton ; i, index.

duations sont repérées tous les $4,5^\circ$. On peut apprécier avec une bonne précision une rotation de $1,5^\circ$.

Comme la tension d'alimentation de l'électro-aimant n'est pas stable, des précautions sont prises afin d'éviter la formation de courants induits dans le circuit de la lame. Lors de chaque mesure de résistance, on note la tension du secteur afin de faire la correction nécessaire de la valeur du champ magnétique.

Les contacts sur les lames sont toujours réalisés avec les plaquettes de cuivre et les ressorts en bronze. On les vérifie soigneusement avant l'étude de chaque lame dès que la température est bien stabilisée dans l'enceinte : la résistance ne doit pas varier, à la précision des mesures, lorsque l'on fait tourner la lame en dehors d'un champ magnétique.

2. Résultats expérimentaux. — 1. Magnétorésistance en fonction de l'angle.

— La résistance de chaque lame a été mesurée de $4,5^\circ$ en $4,5^\circ$, l'angle θ variant de -180° à $+180^\circ$. Pour la commodité du montage, on n'a fait tourner les lames que de 180° ($\pm 90^\circ$), mais on a effectué deux séries de mesures, l'une avec un champ $H = +8\,000$ Oe et l'autre avec $H = -8\,000$ Oe. A titre de comparaison, on a étudié également un échantillon de fil de nickel de $0,06$ mm de diamètre, placé dans un champ de $11\,000$ Oe pour tenir compte du champ démagnétisant.

Même après stabilisation de la température du boîtier, la durée d'une série de mesures est trop longue pour qu'on puisse maintenir la température suffisamment constante. On a recours à une méthode différentielle analogue à celle qui a permis les mesures de la résistance en fonction du champ magnétique. Après deux mesures consécutives, on revient à la position repère 0° . On note ensuite les écarts de résistance par rapport à ce point.

Les résultats obtenus sont qualitativement les mêmes pour toutes les lames, même les plus minces. La valeur de la résistivité est indépendante du sens de H .

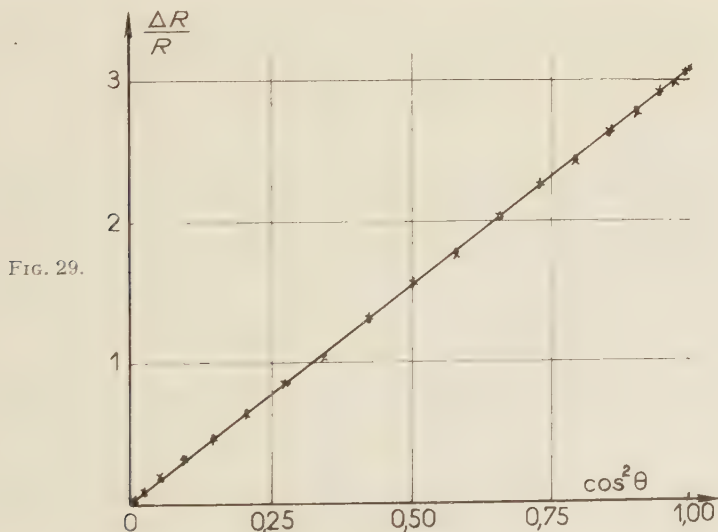


TABLEAU VI

Lame n°	Epaisseur (Å)	$\Delta(H) \cdot 10^3$	$\beta_{\parallel} \cdot 10^8$	$\beta_{\perp} \cdot 10^8$	$\Delta\beta \cdot 10^8$
Massif		29,15	-18,6	-20,5	+1,9
1	720	—	—	-14,8	—
2	685	20,6	-11,2	-12,8	+1,6
3	665	9,25	-6,5	-8,9	+2,4
4	655	7,75	-6,2	-8,2	+2,0
6	645	3,36	-2,36	-3,88	+1,52
8	640	4,88	-4,7	-6,9	+2,2
9	590	0,98	-3	-4,15	+1,15
10	590	2,36	-2,44	-4,4	+1,96
11	585	3,08	-4,8	-8,2	+3,4
12	575	1,22	-2,32	-3,58	+1,26
13	480	0,075	-0,52	-1,46	+0,94
14	445	0,045	-0,25	-0,83	+0,58
16	430	0,182	-0,80	-2,96	+2,16
17	360	0,044	-0,075	-0,60	+0,525

Elle varie avec l'angle θ des directions de i et H suivant une loi sinusoïdale (fig. 29). La valeur maximum $R_{\parallel}$ correspond à $\theta = 0^\circ$ et le minimum $R_{\perp}$ à $\theta = 90^\circ$. Soit R la résistance isotrope correspondant au champ H . C'est la résistance que présenterait l'échantillon pour une répartition des domaines dans toutes les directions et pour une aimantation spontanée égale à l'aimantation à saturation sous l'effet du champ H . On admet que [37]

$$R = \frac{R_{\parallel} + 2R_{\perp}}{3}.$$

Si l'on appelle $\Delta(H)$ la différence relative de résistance entre les directions parallèle et perpendiculaire à l'aimantation pour un champ appliqué H ,

$$\Delta(H) = \frac{R_{\parallel} - R_{\perp}}{R} = 3 \frac{R_{\parallel} - R_{\perp}}{R_{\parallel} + 2R_{\perp}}.$$

La variation relative de résistance en fonction de θ s'exprime alors par la relation

$$(1) \quad \frac{\Delta R}{R} = \Delta(H) \cos^2 \theta.$$

Toutes les lames, même les plus minces, présentent une anisotropie de résistance sous un champ appliqué H . $\Delta(H)$ est caractéristique de chaque lame et, comme le montre le tableau VI, diminue rapidement avec l'épaisseur. La valeur de $\Delta(H)$ correspondant à la lame la plus épaisse étudiée ($20,6 \cdot 10^{-3}$) est peu différente de celle du nickel massif ($29,15 \cdot 10^{-3}$). Pour les lames les plus minces qui n'ont pas présenté de variation de résistance dans les champs moyens, $\Delta(H)$ est très faible ($0,044 \cdot 10^{-3}$).

2. Magnétorésistance en fonction du champ. — Les mesures de résistance ont été effectuées entre 4 000 et 8 000 Oe, par intervalles de 1 000 Oe, pour $\theta = 0^\circ$ et $\theta = 90^\circ$. Toutes les lames ont présenté une décroissance linéaire de leur résistance en fonction du champ magnétique. Cette décroissance est caractérisée quantitativement par le coefficient $\beta = (1/R)(\Delta R/\Delta H)$. En outre, nous avons observé sur

toutes les lames une variation de β en fonction de l'angle θ (fig. 30). Dans tous les cas, la résistance décroît plus vite en fonction du champ dans l'effet transversal ($\theta = 90^\circ$) que dans l'effet parallèle ($\theta = 0^\circ$) :

$$|\beta_{\perp}| > |\beta_{\parallel}|.$$

Si θ est compris entre 0 et 90° , on a

$$|\beta_{\perp}| > |\beta_{\theta}| > |\beta_{\parallel}|.$$

On pourra objecter que la variation des valeurs de β observées en fonction de l'angle provient d'un manque de saturation des lames. Dans ces conditions, on expliquerait mal l'existence dans tous les cas d'une variation linéaire de la résistance en fonction du champ sur un intervalle de 4 000 Oe.

Nous désignerons par $\Delta\beta = \beta_{\parallel} - \beta_{\perp}$ l'anisotropie de variation de la résistance en fonction du champ. $\Delta\beta$ est un coefficient positif, puisque $\beta_{\parallel}$ et $\beta_{\perp}$ sont négatifs.

$\beta_{\parallel}$ et $\beta_{\perp}$ varient avec l'épaisseur des lames ; leurs valeurs absolues sont d'autant plus faibles que l'épaisseur diminue (tableau VI). Par contre la différence $\Delta\beta$ ne semble pas influencée par l'épaisseur des lames. Il s'ensuit que le terme $\Delta\beta$ est d'autant plus important en comparaison de $|\beta_{\parallel}|$ et $|\beta_{\perp}|$ que les lames sont plus minces. Lorsque l'épaisseur augmente, $\Delta\beta$ est de plus en plus difficilement observable. Pour la lame n° 2, $\beta_{\perp} = -12,8 \cdot 10^{-8}$ et $\beta_{\parallel} = -11,2 \cdot 10^{-8}$, soit un rapport $\Delta\beta/\beta$ égal à 0,13.

Dans le cas du nickel massif, les courbes de Gerlach et ses collaborateurs montrent que $\beta \simeq -20 \cdot 10^{-8}$. Si $\Delta\beta$ conserve une valeur du même ordre de grandeur que pour le nickel en lames minces, le rapport $\Delta\beta/\beta$ sera de l'ordre de 0,1. Ceci expliquerait que la variation de β avec l'angle θ n'ait pas été décelée jusqu'à présent. Pour la mettre en évidence des mesures d'une grande précision sont nécessaires. Nous avons essayé, avec les montages dont nous disposions, d'étudier l'échantillon de nickel massif entre 6 000 et 11 000 Oe. Afin de rendre les mesures les plus précises possible, le pont de Wheatstone est remplacé par un pont de Thomson et chaque point de mesure est la moyenne d'une dizaine de valeurs. Cette dernière précaution est nécessaire car la variation thermique de la résistance est plus importante que pour les lames minces. La précision relative obtenue est égale à $1,5 \cdot 10^{-5}$. La valeur de $\beta_{\parallel}$ est repérée aisément (fig. 31), $\beta_{\parallel} = -18,6 \cdot 10^{-8}$, valeur en accord avec les mesures de E. Englert. $\beta_{\perp}$ est plus difficile à déterminer en raison du manque de saturation pour un champ $H = 6\,000$ Oe, soit un champ effectif $H_{\text{eff}} = 3\,000$ Oe. Néanmoins, on observe, entre 5 700 et 8 000 Oe, une variation linéaire de la résistance en fonction de H , avec une pente $\beta_{\perp}$ différente de $\beta_{\parallel}$ et égale à $-20,5 \cdot 10^{-8}$. La différence $\Delta\beta$ est de $1,9 \cdot 10^{-8}$, en bon accord avec les valeurs cor-

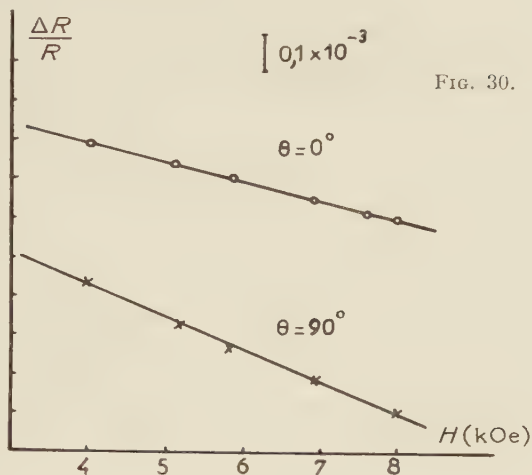
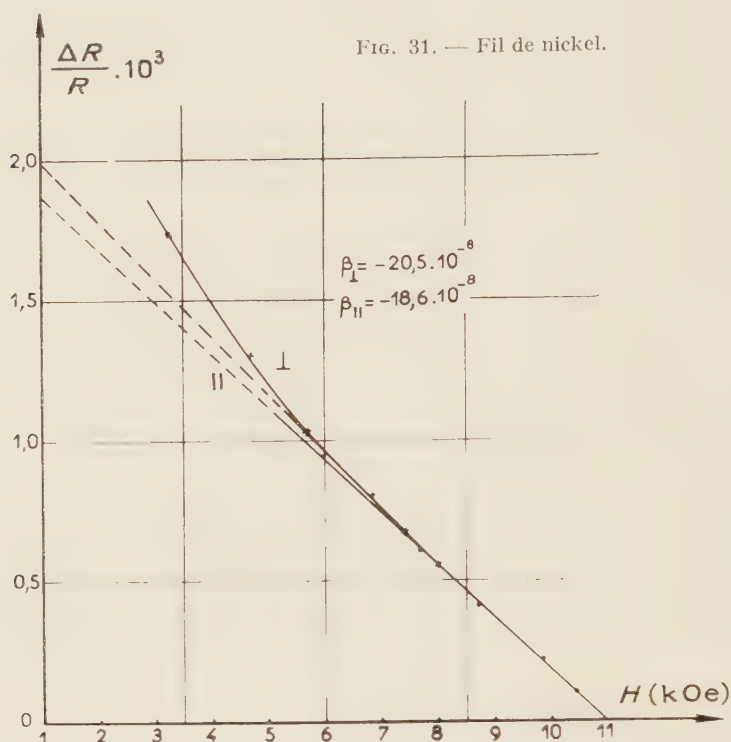


FIG. 30.



respondant aux lames minces. Cette valeur est vraisemblablement un peu trop élevée et une correction de l'approche à la saturation entrainerait sans doute un écart plus faible entre $\beta_{||}$ et $\beta_{\perp}$.

3. Relations entre la résistance et le ferromagnétisme. — Nous rappellerons brièvement l'état actuel des connaissances sur la résistance des ferromagnétiques. Les propriétés électriques des ferromagnétiques présentent l'intérêt d'avoir été étudiées en détail dans le cas du nickel [25, 26, 38 à 41].

Si l'on refroidit un ferromagnétique à partir d'une température supérieure au point de Curie, la courbe de la résistance qui, au-dessus du point de Curie, est concave vers l'axe des températures, devient concave vers l'axe des résistances [40]. La résistance à l'état magnétique est plus faible qu'elle ne le serait si le corps n'était pas magnétique. L'écart est très important et, à 0°K, le rapport

$$\rho_{\text{ferromagn}} / \rho_{\text{paramagn}} = \rho / \rho_0$$

est égal à 0,34 [40]. Sur un grand intervalle de température, la diminution de résistance $\delta R = R_0 - R$ est proportionnelle au carré de l'aimantation spontanée.

Mott [38 à 40] a montré que l'augmentation de la conductibilité observée lorsque l'aimantation spontanée augmente est due à une diminution du nombre d'électrons de conductibilité de la couche 4s, susceptibles d'effectuer des transitions avec

la couche 3d. Il s'ensuit pour ces électrons une augmentation du temps de relaxation τ . Sauf à température élevée (au voisinage du point de Curie), le rapport de la résistivité ferromagnétique ρ à la résistivité paramagnétique ρ_0 est exprimé avec une assez bonne approximation par l'expression

$$(2) \quad \frac{\rho}{\rho_0} = \frac{2/(1 + \alpha)}{\frac{1}{(1 - z)^{1/3} + \alpha} + \frac{1}{(1 + z)^{1/3} + \alpha}},$$

où $\alpha = 0,25$ et $z = J/J_0$, J_0 étant l'aimantation spontanée au zéro absolu. Le calcul rigoureux est en bon accord avec l'expérience.

A la diminution importante de résistance qui accompagne l'aimantation spontanée s'ajoute une anisotropie par rapport à la direction de l'aimantation. Ce phénomène, plus faible que le premier, est responsable des variations de résistance le long de la courbe d'aimantation.

Nous étudierons d'abord l'anisotropie de résistance due à l'aimantation, puis différents facteurs (champ interne, variation en fonction du champ) qui aboutiront au calcul de la diminution de résistance due au ferromagnétisme.

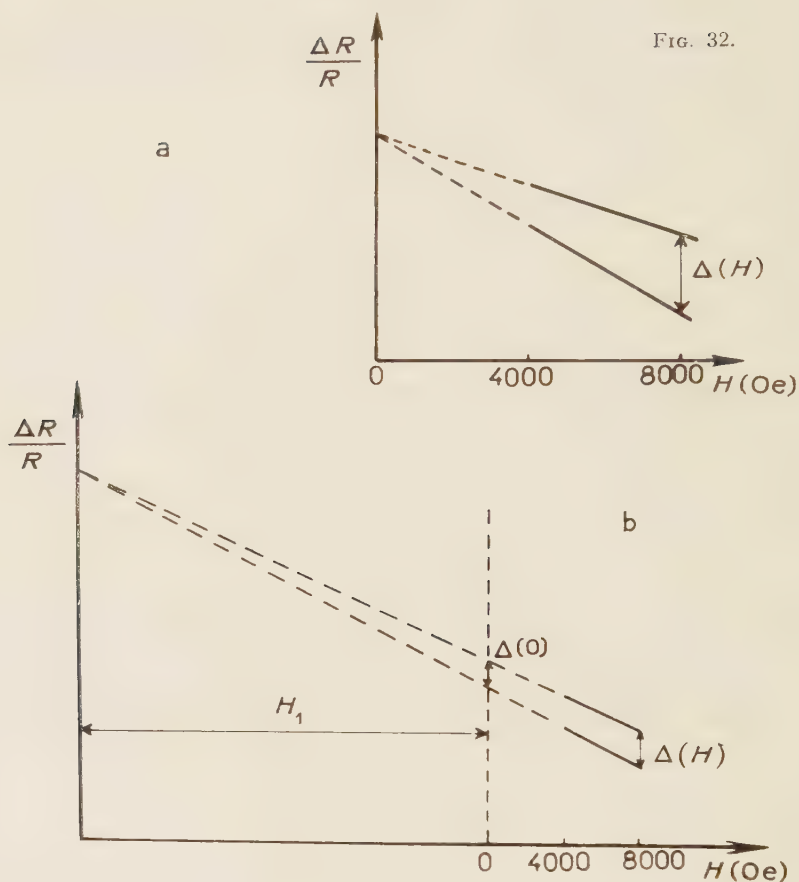
1. Anisotropie de résistance en champ nul. — A partir des mesures de $\Delta(H)$ et des pentes $\beta_{||}$ et $\beta_{\perp}$, il est possible de connaître l'anisotropie de résistance en champ nul $\Delta(0)$. Si l'on extrapole les droites représentant la variation de la résistance en fonction du champ jusqu'à l'axe des ordonnées, on obtient les valeurs de la résistance parallèlement et perpendiculairement à l'aimantation, pour un champ extérieur nul. La différence entre ces deux valeurs est $\Delta(0)$. Elle se calcule suivant la relation

$$(3) \quad \Delta(0) = \Delta(H) - H \Delta\beta.$$

Les valeurs de $\Delta(0)$ sont portées sur le tableau VII pour les lames minces et le nickel massif. De même que $\Delta(H)$ (tableau VI), $\Delta(0)$ est plus faible pour le nickel en lames minces que pour le nickel massif et diminue rapidement avec l'épaisseur. La valeur trouvée pour le fil de nickel ($29 \cdot 10^{-3}$) est en bon accord avec la valeur

TABLEAU VII

Lame n°	$\Delta(0) \cdot 10^3$	$H_1 \cdot 10^6$	ρ/ρ_0	$[\Delta(0)]^{1/2} \cdot 10^3$	ρ/ρ'_0
Ni massif	29,00	1,56	0,763	170,5	0,7
2	20,5	1,3	0,862	143,2	0,850
3	9,06	0,377	0,970	95,2	0,947
4	7,6	0,38	0,972	87,2	0,958
6	3,24	0,213	0,993	56,8	0,984
8	4,7	0,214	0,987	68,5	0,973
9	0,89	0,077	0,997	29,8	0,997
10	2,20	0,112	0,996	46,9	0,990
11	2,81	0,082	0,994	53,0	0,985
12	1,12	0,089	0,997	33,4	0,996
13	0	0	1	0	1
14	0	0	1	0	1
16	0	0	1	0	1
17	0	0	1	0	1



$27 \cdot 10^{-3}$ calculée d'après les constantes cristallographiques du nickel [29]. Dans le cas des lames les plus minces, $\Delta(0)$ s'annule, contrairement à $\Delta(H)$. On en conclut que l'anisotropie $\Delta(H)$ présentée par ces lames n'apparaît que sous l'effet du champ H . Le fait qu'elles ne présentent pas d'anisotropie en champ nul confirme l'hypothèse faite précédemment qu'elles ne sont pas magnétiques.

2. **Champ interne.** — Dans le cas des lames « non magnétiques », les droites de pente $\beta_{\parallel}$ et $\beta_{\perp}$ se rejoignent lorsque $H = 0$ (fig. 32a). Pour les autres lames, elles coupent l'axe des ordonnées en deux points distants de $\Delta(0)$. Par extrapolation vers les valeurs négatives on trouve un point d'abscisse $-H_1$ pour lequel ces deux droites se rencontrent (fig. 32b). Ce champ a pour valeur absolue

$$(4) \quad |H_1| = \Delta(0)/\Delta\beta.$$

Tout se passe donc comme si les échantillons « magnétiques » possédaient un champ interne H_1 . L'anisotropie de résistance peut alors se mettre sous la forme

$$(5) \quad \Delta = \Delta(H) = \Delta(0) + H \Delta\beta = \Delta\beta(H_1 + H).$$

Afin de vérifier si H_1 peut avoir un sens physique, on admet une loi empirique de la forme $\Delta = A\tilde{J}^n$; elle peut s'exprimer par

$$\Delta(H) = A\tilde{J}^n(H) = A' \mathbf{B}^n \left(\frac{\mu H + H_m}{kT} \right),$$

où $\mathbf{B}$ est la fonction de Brillouin et H_m le champ moléculaire. Si $H < H_m$, on a

$$\Delta(H) = A' \mathbf{B}^{n-1} \left[\mathbf{B}' \left(\frac{\mu H_m}{kT} \right) + n \frac{\mu H}{kT} \mathbf{B}' \left(\frac{\mu H_m}{kT} \right) \right].$$

Dans le cas du nickel, on suppose $j = 1/2$ et $\mathbf{B}(x) = \tanh x$.

En posant $m = \tilde{J}/\tilde{J}_0$, où $\tilde{J}_0$ est l'aimantation à $T = 0^\circ\text{K}$, et $\Theta = T/T_C$, on a

$$\frac{\mu H_m}{kT} = \frac{\tilde{J}}{\tilde{J}_0} \frac{T_C}{T} = \frac{m}{\Theta} \quad \text{et} \quad \frac{\mu H}{kT} = \frac{H}{H_m} \frac{1}{\Theta}.$$

D'où

$$\Delta(H) = A' \mathbf{B}^{n-1} \left[\mathbf{B}' \left(\frac{m}{\Theta} \right) + n \frac{H}{H_m} \frac{1}{\Theta} \mathbf{B}' \left(\frac{m}{\Theta} \right) \right],$$

$$(5') \quad \Delta(H) = C(H_1 + H),$$

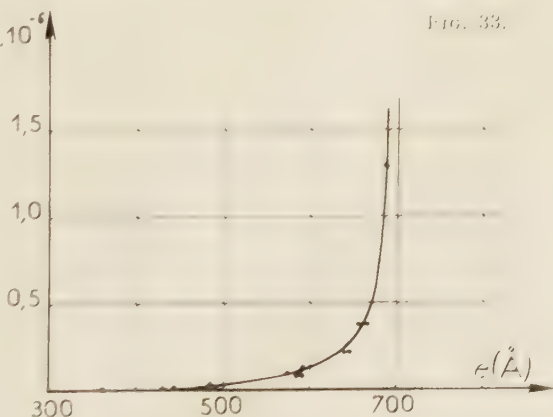
avec

$$H_1 = H_m \frac{\Theta}{n} \frac{\mathbf{B}(m/\Theta)}{\mathbf{B}'(m/\Theta)}.$$

Si $m < \Theta$, c'est-à-dire à température élevée, $\Theta \sim 1$ et $H_1 = H_m m/n(1 - m^2)$. À la température ambiante, on trouve $H_1 = (8/n) H_m$; n peut être mesuré expérimentalement en étudiant la variation de Δ en fonction de la température. La constante C est égale à $\Delta\beta$.

Les valeurs de H_1 calculées pour les lames minces et le nickel massif sont portées sur le tableau VII. Dans le cas du métal massif, H_1 ($1,56 \cdot 10^6$) est inférieur au champ moléculaire ($9,4 \cdot 10^6$ Oe). Mais on a vu plus haut que la valeur $\Delta\beta$ trouvée pour l'échantillon de fil de nickel est vraisemblablement trop élevée. Par suite de la formule (4), H_1 est sans doute trop faible. Pour les lames minces, H_1 est plus petit et décroît très rapidement avec l'épaisseur (fig. 33). Il est évidemment nul dans le cas des lames « non magnétiques ».

Fig. 33.



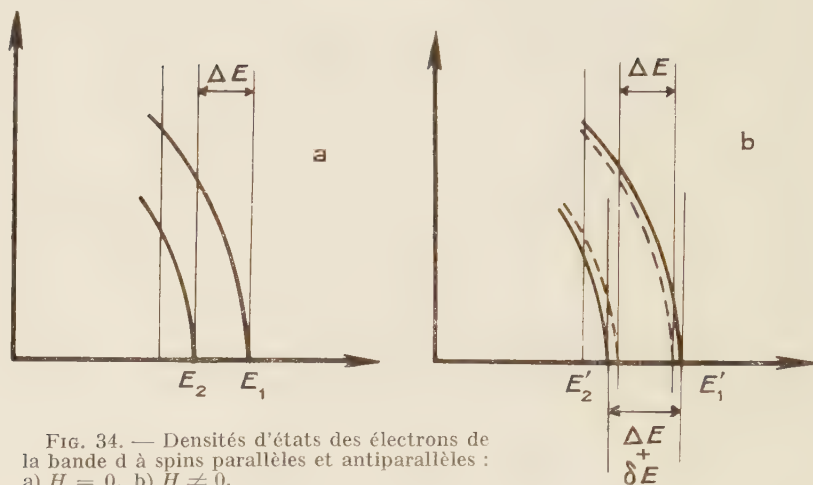


FIG. 34. — Densités d'états des électrons de la bande d à spins parallèles et antiparallèles : a) $H = 0$, b) $H \neq 0$.

3. **Variation de la résistance en fonction du champ.** — On peut admettre que la diminution de résistance δR due à l'état magnétique est proportionnelle à la différence $\Delta E = E_2 - E_1$ des énergies maxima des électrons à spins parallèles et antiparallèles de la couche 3d. Cette différence est proportionnelle à l'énergie magnétique, soit à $n\mathfrak{J}^2$. Sous l'action d'un champ magnétique externe H , l'énergie magnétique est accrue de la quantité $H\mathfrak{J}$. La différence ΔE (fig. 34) se trouve augmentée d'une quantité δE . Par suite, on aura un accroissement du terme δR , proportionnel à H .

D'une manière générale, la diminution de résistance peut s'exprimer à l'aide de deux termes : l'un Γ isotrope, dû au couplage spin-spin, suivant une loi en $\mathfrak{J}^2$; l'autre $\Delta \cos^2 \theta$ anisotrope, dû à un couplage spin-orbite et introduit par l'interaction du champ et du réseau cristallin,

$$(6) \quad \frac{\delta R}{R} = \frac{\delta \rho}{\rho} = \Gamma + \Delta \cos^2 \theta,$$

avec

$$(7) \quad \Gamma = \text{Cte} [\Gamma(0) + k\mathfrak{J}H] = A\mathfrak{J}^2 + B\mathfrak{J}H = \mathfrak{J}(A\mathfrak{J} + BH)$$

et

$$\Delta = \Delta\beta(H_1 + H).$$

De ces relations il ressort qu'à la diminution de résistance due à l'état magnétique s'ajoute une décroissance proportionnelle au champ appliqué H , dont la pente est une fonction linéaire de l'aimantation. On en déduit que le coefficient β est proportionnel à l'aimantation. D'autre part, il est admis [28, 33, 42, 43] que $\Delta(0)$ est proportionnel à $\mathfrak{J}^2$. Si ces relations sont applicables comparativement aux différentes lames minces, on aura

$$[\Delta(0)]^{1/2} = k |\beta|.$$

Les valeurs correspondantes ont été portées sur la figure 35. On trouve effective-

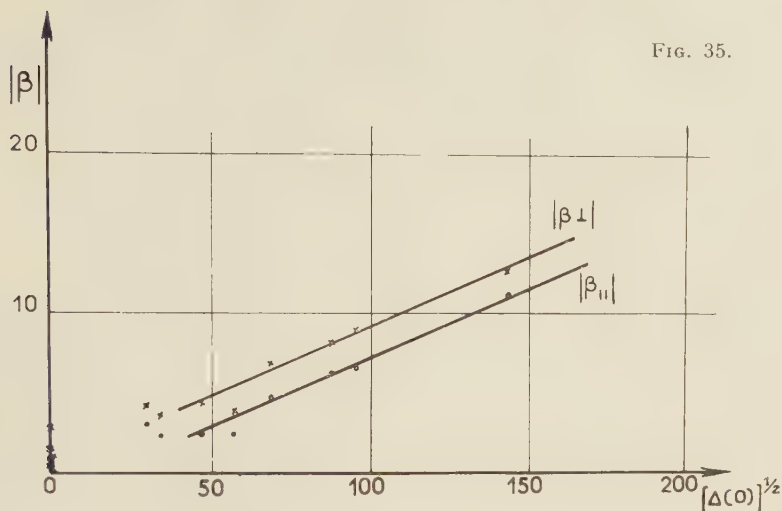


FIG. 35.

ment que $\beta_{||}$ et $\beta_{\perp}$ se groupent suivant deux droites parallèles. Il semble que la diminution des coefficients $\beta_{||}$ et $\beta_{\perp}$ avec l'épaisseur corresponde à une diminution de l'aimantation des lames.

4. Diminution de la résistance due au ferromagnétisme. — Les courbes de résistance en fonction de la température (fig. 14) montrent que le coefficient de température α passe par un maximum pour la même température ($T \simeq 330^{\circ}\text{C}$) que dans le cas du nickel massif [25, 42]. Donc, les lames de nickel auraient même température de Curie que le nickel massif. Ceci est vraisemblable, car l'épaisseur des lames est supérieure à l'épaisseur critique à partir de laquelle peut être observé un abaissement du point de Curie [9, 10]. Cette épaisseur est inférieure à une centaine de couches atomiques, soit environ 200 Å.

La diminution de résistance au-dessous du point de Curie paraît beaucoup plus faible que pour le métal massif. Cette diminution peut être calculée à partir des mesures de magnéto-résistance. Dans la formule (7), Γ est mis sous la forme

$$\Gamma = \mathfrak{I} (A\mathfrak{I} + BH) .$$

Or $n\mathfrak{I} = H_m$, H_m étant le champ moléculaire. D'où

$$\Gamma = \mathfrak{I} \left(\frac{A}{n} H_m + BH \right) ,$$

soit, en posant

$$H_1 = \frac{A}{nB} H_m ,$$

$$(8) \quad \Gamma = \gamma \mathfrak{I} (H_1 + H) .$$

On en déduit que pour $H_1 = 0$, l'anisotropie de résistance disparaît. H_1 étant fonction du champ moléculaire, la résistance extrapolée pour $H_1 = 0$ est la résistance à l'état non magnétique. Elle se calcule à partir des expressions suivantes relatives aux résistances parallèle et perpendiculaire à l'aimantation :

$$-\frac{\delta R_{||}}{R} = \beta_{||} H_1 , \quad \frac{\delta R_{\perp}}{R} = \beta_{\perp} H_1$$

La formule (2) de Mott permet de calculer le rapport $\rho/\rho_0 = R/R_0$ des résistances à l'état magnétique et à l'état paramagnétique. On a posé $R = (R_{\parallel} + 2R_{\perp})/3$. Par suite, on prendra $\beta = (\beta_{\parallel} + 2\beta_{\perp})/3$, d'où $\delta R/R = \beta H_1$ et

$$\frac{\rho_0}{\rho} = \frac{R_0}{R} = \frac{R + \delta R}{R} = 1 + \beta H_1,$$

$$(9) \quad \frac{\rho}{\rho_0} = \frac{1}{1 + \beta H_1}.$$

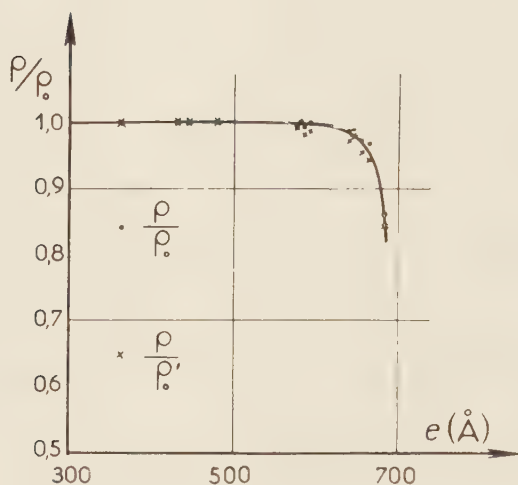


FIG. 36.

ρ/ρ_0 , calculé pour les lames minces à partir des valeurs de β et de H_1 , se rapproche très vite de l'unité lorsque l'épaisseur diminue (fig. 36, tableau VII), ce qui semble en accord avec les mesures de résistance en fonction de la température. A titre de comparaison, on a calculé ce rapport à partir d'une valeur de l'aimantation tirée de l'anisotropie $\Delta(0)$ en posant $\vec{J} = k [\Delta(0)]^{1/2}$ et portée dans la formule (2) de Mott. Les valeurs ρ/ρ_0' obtenues sont voisines des précédentes (fig. 36).

Dans le cas du nickel massif, à la température ambiante, on trouve $\rho/\rho_0 = 0,52$. La valeur de ρ/ρ_0 calculée à partir de la formule (9) est plus élevée (0,775). Ceci n'est pas étonnant car le champ calculé H_1 doit être trop faible. Le champ H_1 , calculé à partir du rapport $\rho/\rho_0 = 0,52$, est égal à $4,6 \cdot 10^6$ Oe, soit la moitié du champ moléculaire. Mais à 0°K, en supposant que β ait la même valeur qu'à la température ambiante, on trouve, par cette même formule, $H_1 = 9,7 \cdot 10^6 \simeq H_m$.

4. Cas des lames « non magnétiques ». - Ces lames sont caractérisées par une diminution très faible de leur résistance sous l'effet d'un champ magnétique, quelle que soit la valeur du champ. Le même phénomène apparaît dans les trois types de mesures : effets parallèle, transversal et perpendiculaire. On observe :

a) dans les champs moyens (fig. 37) une décroissance en H^2 . En raison de la petitesse du phénomène, cette diminution n'avait pu être décelée dans les effets parallèle et transversal entre 0 et 360 Oe. Elle a été observée lors de l'étude de l'effet perpendiculaire, les champs utilisés étant plus élevés (0 à 8 000 Oe) ;

b) dans les champs élevés, une décroissance linéaire en H . Le raccordement entre la loi parabolique et la loi linéaire se produit pour un champ variable suivant les lames et ne suit aucune loi en fonction de l'épaisseur (600, 2 000, 3 000 et environ 8 000 Oe).

Cette décroissance linéaire de la résistance est anisotrope. Elle est maximum lorsque le courant est perpendiculaire au champ comme dans le cas des lames magnétiques. Nous avons vu que ces lames ne présentent pas d'anisotropie $\Delta(0)$.

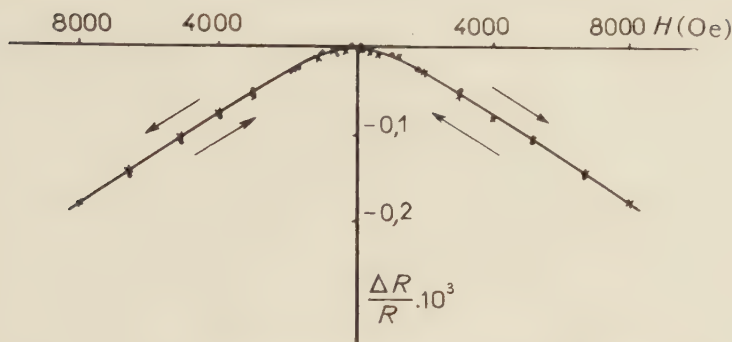


FIG. 37. — Magnéto-résistance des lames non ferromagnétiques.

On en a déduit que le champ H_1 est égal à zéro. L'anisotropie en présence d'un champ externe est due au terme $\Delta = H \Delta\beta$. Mais $\beta_{||}$ n'est pas nul. Nous sommes donc amenée à considérer qu'il se compose de deux termes β_1 et β_2 . Le premier β_1 dépend de l'aimantation $\mathfrak{J}$, est isotrope et lié aux interactions spin-spin. L'autre β_2 dépend uniquement des champs H_1 et H : il est anisotrope et lié aux interactions spin-orbite. Par suite, nous pouvons expliciter comme suit le terme Γ de la formule (6) :

$$(6') \quad \frac{\delta R}{R} = \Gamma_0 + \Gamma' + \Delta \cos^2 \theta,$$

$$\text{avec} \quad \Gamma_0 = \gamma_0 \mathfrak{J} (H_1 + H) \quad \text{et} \quad \Gamma' = \gamma' (H_1 + H),$$

d'où

$$(10) \quad \left[\frac{\delta R}{R} = \left| \gamma_0 \mathfrak{J} + \gamma' (1 + \mathfrak{J} \cos^2 \theta) \right| (H_1 + H) \right].$$

Si l'on compare l'effet de H sur les lames non magnétiques à son action sur tous les corps non ferromagnétiques [44], même ceux qui appartiennent à la série de transition, on remarque l'analogie de l'action de H (loi en H^2 puis en H) et le signe différent du phénomène. Il serait intéressant de connaître l'effet de H sur le nickel à une température nettement supérieure au point de Curie. En effet les seules mesures qui aient été effectuées à notre connaissance sont celles de Gerlach [25]. Il a observé une diminution de plus en plus faible et linéaire de la résistance en fonction du champ. Mais ces mesures n'ont été faites que dans des champs peu élevés (400 Oe) et à une température très peu supérieure au point de Curie. Ainsi, il n'est pas possible de tirer de conclusions valables sur le caractère non ferromagnétique des lames les plus minces.

5. Conclusions. — On observe une variation continue des phénomènes de magnéto-résistance depuis les lames les plus épaisses, qui se rapprochent du métal massif, jusqu'aux plus minces pour lesquelles certains termes s'annulent. La décroissance des valeurs caractéristiques de la magnéto-résistance avec l'épaisseur [$\Delta(0)$, $\beta_{||}$,

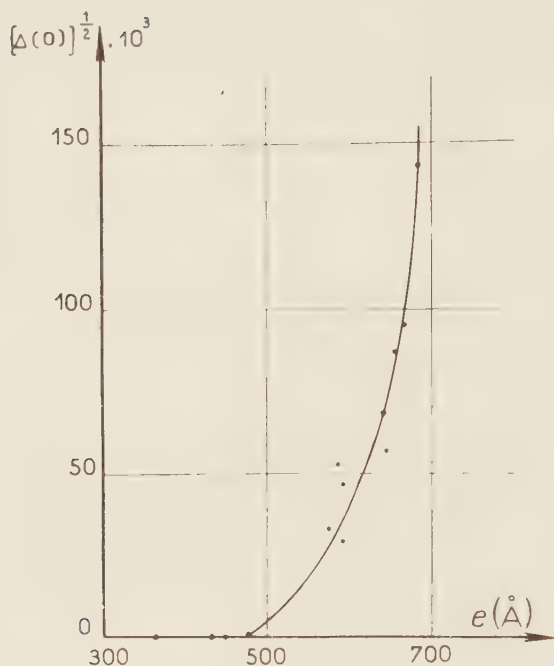


FIG. 38.

duit un abaissement du point de Curie. Dans le cas présent, le point de Curie semble constant pour toutes les lames magnétiques, d'après les courbes de température.

Si l'on admet que l'anisotropie $\Delta(0)$ est proportionnelle au carré de l'aimantation, on trouve (fig. 38) que la courbe $[\Delta(0)]^{1/2}$ en fonction de l'épaisseur est concave vers l'axe des aimantations, alors que, pour les lames uniformes à un seul domaine, la courbe $\bar{J} = f(e)$ est concave vers l'axe des épaisseurs. Il semblerait que l'aimantation diminue très brutalement. Ce fait pourrait s'expliquer par l'existence des pores et surfaces de discontinuité qui limitent des grains ou lamelles magnétiques reliés les uns aux autres. L'aimantation des lames serait l'aimantation moyenne fixée par les dimensions de ces parcelles et non des lames. On pourrait s'exprimer sous une autre forme en supposant que, en raison des lacunes, un nombre important d'atomes possèdent un nombre de voisins réduit, provoquant ainsi une diminution de l'aimantation. Mais on explique toujours difficilement la constance du point de Curie.

La diminution de la magnétorésistance pourrait en outre être attribuée à l'existence de cristallites ferromagnétiques noyés dans une substance amorphe paramagnétique. Cette solution concorderait assez mal avec l'existence de domaines magnétiques.

Il semble, en définitive, que la diminution des phénomènes de magnétorésistance soit imputable, tout au moins en partie, à une diminution de l'aimantation des lames, due à leur structure lacunaire.

β_1 , $\delta R/R$, H_1] peut être attribuée, soit aux propriétés électriques des lames minces, soit à leurs propriétés magnétiques et, peut-être, à l'ensemble des deux types de propriétés.

Si l'aimantation des lames est la même que dans le cas du métal massif, on peut supposer que, en raison d'une structure lacunaire, la magnétorésistance se trouve masquée partiellement par l'augmentation de résistance des lames. Dans ce cas, H_1 serait lié seulement à la magnétorésistance.

Dans une autre hypothèse, l'aimantation diminuerait avec l'épaisseur. S'il s'agit de lames continues et uniformes, l'aimantation ne commence à décroître que pour des épaisseurs plus faibles et il se pro-

CONCLUSIONS

1. Les propriétés électriques et magnétoélectriques des lames de nickel obtenues mettent en évidence une structure polycristalline et lacunaire. Au-dessous d'une épaisseur critique égale à $480 \text{ \AA}$, les lames ne paraissent pas être ferromagnétiques. Les lames plus épaisses ($480 < e \leq 720 \text{ \AA}$) sont ferromagnétiques, même avant recuit. D'après les courbes de variation de la résistance en fonction de la température, le point de Curie est toujours égal à celui du nickel massif.

2. Les phénomènes de magnétorésistance présentés par les lames magnétiques sont semblables à ceux qui sont observés sur le métal massif. Les valeurs des variations relatives de résistance sont plus faibles que dans le cas du nickel massif et diminuent rapidement avec l'épaisseur des lames. Aussi avons-nous étudié particulièrement chaque lame de nickel.

Les lames non magnétiques sont caractérisées par une loi en H^2 , suivie d'une loi en H dans les champs élevés, rappelant la magnétorésistance des substances non magnétiques, mais avec inversion du sens du phénomène.

3. En ce qui concerne les processus d'aimantation, nous devons nous attendre à rencontrer des difficultés, en raison de la complexité des facteurs mis en jeu. Néanmoins, la variation de certaines caractéristiques avec l'épaisseur est qualitativement comparable aux résultats concernant les lames continues monocristallines.

La forme des cycles de magnétorésistance permet d'affirmer que les lames sont formées de domaines. Les domaines paraissent répartis suivant diverses orientations.

L'effet de l'anisotropie de forme apparaît nettement : le nombre de domaines orientés perpendiculairement au plan de la lame diminue avec l'épaisseur ; dans le cas des lames les plus minces, l'aimantation dans une direction perpendiculaire au plan des lames se produit par rotations réversibles.

On observe des champs coercitifs faibles diminuant avec l'épaisseur. Nous attribuons partiellement ce fait à la petitesse des tensions internes. Les faibles valeurs des tensions internes seraient dues à l'existence de trous et surfaces de discontinuité.

Les porosités doivent également être responsables d'un phénomène de dureté magnétique qui apparaît lors de l'aimantation dans le plan des lames et est d'autant plus important que les lames sont plus minces.

4. Dans les champs élevés, les lames minces de nickel sont étudiées comparativement à un échantillon de métal massif.

On observe, comme pour le nickel massif, une variation sinusoïdale de la résistance en fonction de l'angle θ du champ et du courant : $\Delta R/R = \Delta(H) \cos^2 \theta$.

L'étude des lames minces a mis en évidence l'existence d'une anisotropie dans la décroissance de la résistance en fonction du champ. Cette anisotropie, bien que faible dans le cas du nickel massif, a été observée, grâce à des mesures précises, sur l'échantillon de fil de nickel.

Elle permet de connaître l'anisotropie de résistance en champ nul $\Delta(0)$ et fait apparaître un champ interne H_1 lié directement au champ moléculaire H_m : $H_1 = (8/n)H_m$ à la température ambiante, dans le cas du nickel massif.

Pour les lames d'épaisseur inférieure ou égale à 480 Å, on trouve $\Delta(0) = 0$ et $H_1 = 0$, ce qui confirme leur caractère non magnétique. Les lames magnétiques ont un champ H_1 inférieur à celui du nickel massif et décroissant rapidement avec l'épaisseur.

Grâce à une relation simple, on calcule, à partir de H_1 , la résistance « paramagnétique » de chaque échantillon :

$$\frac{R_0}{R} = 1 + \beta H_1,$$

où R_0 est la résistance « paramagnétique » et β la pente de la variation de la résistance « isotrope » en fonction du champ.

De l'ensemble des résultats obtenus, il ressort que la diminution relative de résistance due au ferromagnétisme se compose de deux termes. Le premier terme, isotrope, est proportionnel à l'aimantation $\tilde{J}$, donc à l'énergie d'échange. Le second, anisotrope, est lié à un résidu du couplage spin-orbite. En outre, ces deux termes sont proportionnels au champ interne H_1 et au champ appliqué H :

$$\frac{\delta\rho}{\rho} = [\gamma_0 \tilde{J} + \gamma' (1 + \mathfrak{G} \cos^2 \theta)] (H_1 + H),$$

où γ_0 , γ' , $\mathfrak{G}$ sont des constantes et θ l'angle entre le courant et l'aimantation.

La décroissance des valeurs tirées de la magnétorésistance [$\Delta(0)$, anisotropie de résistance en champ nul ; $\beta_{\parallel}$ et $\beta_{\perp}$, pentes de la diminution de la résistance en fonction du champ ; H_1 , champ interne ; $\delta R/R$, diminution de résistance due au ferromagnétisme] avec l'épaisseur des lames semble provenir d'une diminution de l'aimantation spontanée. Cette diminution de l'aimantation spontanée ne peut être attribuée à l'épaisseur des lames (480 à 720 Å) et est en contradiction avec la constance du point de Curie. La décroissance rapide des phénomènes de magnétorésistance est vraisemblablement due au caractère lacunaire des lames, l'importance des surfaces de discontinuité limitant des grains et lamelles magnétiques étant d'autant plus grande que les lames sont plus minces.

RÉFÉRENCES

- [1] C. KITTEL, *Phys. Review*, t. **70**, 1946, p. 965.
- [2] C. KITTEL, *Rev. mod. Physics*, t. **21**, 1949, p. 541.
- [3] E. LIFSHITZ, *Jl Phys. U. R. S. S.*, t. **8**, 1944, p. 337.
- [4] M. J. KLEIN & R. S. SMITH, *Phys. Review*, t. **81**, 1951, p. 378.
- [5] L. NÉEL, *C. r. Ac. Sc.*, t. **241**, 1955, p. 533.
- [6] L. NÉEL, *Jl Phys.* [8], t. **17**, 1956, p. 250.
- [7] A. DRIGO & M. PIZZO, *Nuovo Cim.*, t. **5**, 1948, p. 196.
- [8] A. DRIGO & M. PIZZO, *Nuovo Cim.*, t. **6**, 1949, p. 327.
- [9] A. DRIGO, *Nuovo Cim.*, t. **8**, 1951, p. 498.
- [10] E. C. CRITTENDEN & R. W. HOFFMAN, *Rev. mod. Physics*, t. **25**, 1953, p. 310.
- [11] L. E. COLLINS & O. S. HEAVENS, *Phil. Mag.*, t. **45**, 1954, p. 283.
- [12] C. A. FOWLER & E. M. FRYER, *Phys. Review*, t. **104**, 1956, p. 552.
- [13] C. A. FOWLER & E. M. FRYER, *Phys. Review*, t. **104**, 1956, p. 645.
- [14] H. J. WILLIAMS & R. C. SHERWOOD, *Jl appl. Physics*, t. **28**, 1957, p. 548.
- [15] A. BLANC-LAPIERRE & M. PERROT, Conductibilité électrique des lames métalliques minces, *Mémorial Sciences phys.*, fasc. 57, éd. Gauthier-Villars, Paris, 1954.

- [16] A. VAN ITTERBEEK, *Phys. Verhand.*, t. **3**, 1952, p. 197.
- [17] A. VAN ITTERBEEK, R. LAMBEIR, B. FRANKEN, G. J. VAN DEN BERG & D. A. LOCKHORST, *Physica*, t. **18**, 1952, p. 137.
- [18] B. FRANKEN, A. VAN ITTERBEEK, G. J. VAN DEN BERG & D. A. LOCKHORST, *Physica*, t. **18**, 1952, p. 771.
- [19] A. VAN ITTERBEEK & G. J. VAN DEN BERG, *Proc. Acad. Roy. Flamande*, t. **15**, 1953, p. 185.
- [20] A. VAN ITTERBEEK & A. DUPRÉ, *Jl Phys.* [8], t. **19**, 1958, p. 113.
- [21] A. DRIGO, *Nuovo Cim.*, t. **7**, 1950, p. 527.
- [22] A. COLOMBANI, Thèse, *Ann. Physique* [11], t. **19**, 1944, p. 272.
- [23] H. MAYER, *Physik dünner Schichte*, éd. Wissenschaftliche Verlagsges., Stuttgart, 1950.
- [24] S. TOLANSKY, *Multiple-beam interferometry of surfaces and films*, Oxford Univ. Press, 1948.
- [25] W. GERLACH & K. SCHNEIDERHAN, *Ann. Physik*, t. **6**, 1930, p. 772.
- [26] H. H. POTTER, *Proc. phys. Soc.*, t. **149**, 1937, p. 671.
- [27] E. H. SONDEIMER, *Advances in Physics*, t. **1**, 1952, p. 1.
- [28] E. ENGLERT, *Ann. Physik*, t. **14**, 1932, p. 589.
- [29] R. BECKER & W. DÖRING, *Ferromagnetismus*, éd. Springer, Berlin, 1939.
- [30] L. NÉEL, *C. r. Ac. Sc.*, t. **237**, 1953, p. 1468.
- [31] E. C. CRITTENDEN & R. W. HOFFMAN, *Phys. Review*, t. **78**, 1950, p. 349.
- [32] L. NÉEL, *Physica*, t. **15**, 1949, p. 225.
- [33] W. GERLACH, *Ann. Physik*, t. **12**, 1932, p. 849.
- [34] L. NÉEL, *Jl Phys.* [8], t. **9**, 1948, p. 184.
- [35] L. NÉEL, *Jl Phys.* [8], t. **9**, 1948, p. 193.
- [36] L. F. BATES, *Proc. phys. Soc.*, t. **58**, 1946, p. 153.
- [37] J. SMIT, *Physica*, t. **17**, 1951, p. 612.
- [38] N. F. MOTT, *Proc. phys. Soc.*, t. **47**, 1935, p. 571.
- [39] N. F. MOTT, *Proc. Royal Soc. [A]*, t. **153**, 1936, p. 699.
- [40] N. F. MOTT, *Proc. Royal Soc. [A]*, t. **156**, 1936, p. 368.
- [41] R. M. BOZORTH, *Ferromagnetism*, éd. van Nostrand, Princeton, 1951.
- [42] W. GERLACH, *Ann. Physik*, t. **8**, 1931, p. 649.
- [43] K. SCHNEIDERHAN, *Ann. Physik*, t. **11**, 1931, p. 385.
- [44] *Handbuch der Experimentalphysik*, t. **11**, 2^e partie, Leipzig, 1935.

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté

**« Quelques applications de la diffraction des neutrons
à l'étude du magnétisme ».**

Vu et approuvé :

Paris, le 24 avril 1958

Le Doyen de la Faculté des Sciences,

J. PÉRÈS

Vu et Permis d'imprimer :

Le Recteur de l'Académie de Paris,

Jean SARRAILH

